

## TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

PCT

Expéditeur : le BUREAU INTERNATIONAL

**NOTIFICATION RELATIVE  
A LA PRESENTATION OU A LA TRANSMISSION  
DU DOCUMENT DE PRIORITE**

(instruction administrative 411 du PCT)

Destinataire:

RENOUS CHAN, Véronique  
Saint-Gobain Recherche  
39, quai Lucien Lefranc  
F-93300 Aubervilliers  
FRANCE

Date d'expédition (jour/mois/année) 16 février 1999 (16.02.99)	
Référence du dossier du déposant ou du mandataire VR2 98005 PCT	<b>NOTIFICATION IMPORTANTE</b>
Demande internationale no PCT/FR99/00123	Date du dépôt international (jour/mois/année) 22 janvier 1999 (22.01.99)
Date de publication internationale (jour/mois/année) Pas encore publiée	Date de priorité (jour/mois/année) 26 janvier 1998 (26.01.98)
Déposant SAINT-GOBAIN VITRAGE etc	

- La date de réception (sauf lorsque les lettres "NR" figurent dans la colonne de droite) par le Bureau international du ou des documents de priorité correspondant à la ou aux demandes énumérées ci-après est notifiée au déposant. Sauf indication contraire consistant en un astérisque figurant à côté d'une date de réception, ou les lettres "NR", dans la colonne de droite, le document de priorité en question a été présenté ou transmis au Bureau international d'une manière conforme à la règle 17.1.a) ou b).
- Ce formulaire met à jour et remplace toute notification relative à la présentation ou à la transmission du document de priorité qui a été envoyée précédemment.
- Un **astérisque(\*)** figurant à côté d'une date de réception dans la colonne de droite signale un document de priorité présenté ou transmis au Bureau international mais de manière non conforme à la règle 17.1.a) ou b). Dans ce cas, **l'attention du déposant est appelée** sur la règle 17.1.c) qui stipule qu'aucun office désigné ne peut décider de ne pas tenir compte de la revendication de priorité avant d'avoir donné au déposant la possibilité de remettre le document de priorité dans un délai raisonnable en l'espèce.
- Les **lettres "NR"** figurant dans la colonne de droite signalent un document de priorité que le Bureau international n'a pas reçu ou que le déposant n'a pas demandé à l'office récepteur de préparer et de transmettre au Bureau international, conformément à la règle 17.1.a) ou b), respectivement. Dans ce cas, **l'attention du déposant est appelée** sur la règle 17.1.c) qui stipule qu'aucun office désigné ne peut décider de ne pas tenir compte de la revendication de priorité avant d'avoir donné au déposant la possibilité de remettre le document de priorité dans un délai raisonnable en l'espèce.

<u>Date de priorité</u>	<u>Demande de priorité n°</u>	<u>Pays, office régional ou office récepteur selon le PCT</u>	<u>Date de réception du document de priorité</u>
26 janv 1998 (26.01.98)	98/00806	FR	08 févr 1999 (08.02.99)

Bureau international de l'OMPI  
34, chemin des Colombettes  
1211 Genève 20, Suisse

no de télécopieur (41-22) 740.14.35

Fonctionnaire autorisé:

R. Raissi

no de téléphone (41-22) 338.83.38



## PCT

## RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

(article 18 et règles 43 et 44 du PCT)

Référence du dossier du déposant ou du mandataire VR2 98005 PCT	<b>POUR SUITE</b> voir la notification de transmission du rapport de recherche internationale (formulaire PCT/ISA/220) et, le cas échéant, le point 5 ci-après <b>A DONNER</b>	
Demande internationale n° PCT/FR 99/ 00123	Date du dépôt international(jour/mois/année) 22/01/1999	(Date de priorité (la plus ancienne) (jour/mois/année) 26/01/1998
Déposant  SAINT-GOBAIN VITRAGE et al.		

Le présent rapport de recherche internationale, établi par l'administration chargée de la recherche internationale, est transmis au déposant conformément à l'article 18. Une copie en est transmise au Bureau international.

Ce rapport de recherche internationale comprend 3 feuilles.



Il est aussi accompagné d'une copie de chaque document relatif à l'état de la technique qui y est cité.

**1. Base du rapport**

- a. En ce qui concerne la **langue**, la recherche internationale a été effectuée sur la base de la demande internationale dans la langue dans laquelle elle a été déposée, sauf indication contraire donnée sous le même point.
- ☐ la recherche internationale a été effectuée sur la base d'une traduction de la demande internationale remise à l'administration.
- b. En ce qui concerne les **séquences de nucléotides ou d'acides aminés** divulguées dans la demande internationale (le cas échéant), la recherche internationale a été effectuée sur la base du listage des séquences :
- ☐ contenu dans la demande internationale, sous forme écrite.
- ☐ déposée avec la demande internationale, sous forme déchiffrable par ordinateur.
- ☐ remis ultérieurement à l'administration, sous forme écrite.
- ☐ remis ultérieurement à l'administration, sous forme déchiffrable par ordinateur.
- ☐ La déclaration, selon laquelle le listage des séquences présenté par écrit et fourni ultérieurement ne vas pas au-delà de la divulgation faite dans la demande telle que déposée, a été fournie.
- ☐ La déclaration, selon laquelle les informations enregistrées sous forme déchiffrable par ordinateur sont identiques à celles du listage des séquences présenté par écrit, a été fournie.

2. ☐ Il a été estimé que certaines revendications ne pouvaient pas faire l'objet d'une recherche (voir le cadre I).
3. ☐ Il y a absence d'unité de l'invention (voir le cadre II).

**4. En ce qui concerne le titre,**

le texte est approuvé tel qu'il a été remis par le déposant.



Le texte a été établi par l'administration et a la teneur suivante:

PROCEDE ET DISPOSITIF DE FUSION ET D'AFFINAGE DE MATIERES VITRIFIABLES

**5. En ce qui concerne l'abrégé,**

le texte est approuvé tel qu'il a été remis par le déposant



le texte (reproduit dans le cadre III) a été établi par l'administration conformément à la règle 38.2b). Le déposant peut présenter des observations à l'administration dans un délai d'un mois à compter de la date d'expédition du présent rapport de recherche internationale.

**6. La figure des dessins à publier avec l'abrégé est la Figure n°**

suggérée par le déposant.



parce que le déposant n'a pas suggéré de figure.



parce que cette figure caractérise mieux l'invention.

1



Aucune des figures n'est à publier.



# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale No

PC 99/00123

**A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE**  
CIB 6 C03B5/235 C03B5/225

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

**B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE**

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)  
CIB 6 C03B

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

**C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS**

Catégorie °	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	M.I.KOZ'MIN ET AL.: "An experimental furnace with gas combustion in the melt and thin-layer fining" GLASS AND CERAMICS., vol. 31, no. 9/10, 1975, pages 623-625, XP002099792 NEW YORK US	1-13, 18-20, 22,37
Y	voir le document en entier	2, 12, 14, 16, 19-21, 23, 26
Y	US 3 606 825 A (A.L.JOHNSON) 21 septembre 1971	2, 21
A	voir revendications 1-5	1, 18

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

° Catégories spéciales de documents cités:

"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent

"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date

"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)

"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens

"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

"Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

"&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

14 avril 1999

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

27/04/1999

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale  
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Stroud, J



## C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	US 4 545 800 A (K.J.WON ET AL.) 8 octobre 1985 voir colonne 4, ligne 3 - ligne 6; revendications 1,4-7; figure 1 ---	1,2,18, 21
Y	US 3 938 981 A (D.F.ST.JOHN) 17 février 1976 voir revendications 1-3; figures 1-4 ---	14,23,26
A	FR 2 150 878 A (OWENS-ILLINOIS, INC.) 13 avril 1973 voir figures 1,3; exemple I ---	1,18
Y	DE 197 10 351 C (BET. SORG GMBH & CO KG) 20 mai 1998 voir colonne 6, ligne 19 - ligne 21; figures 1,3 ---	16,26
A	US 3 261 677 A (E.PLUMAT) 19 juillet 1966 voir colonne 2, ligne 48 - ligne 60; figure 1 ---	1,18
P,Y	EP 0 317 551 A (SORG GMBH & CO.KG) 24 mai 1989 voir revendications 1,6; figure 1 ---	12,19,20
A	DD 160 186 A (VEB K BEHÄLTER ET AL.) 11 mai 1983 voir le document en entier ---	1,18,22
A	US 3 764 287 A (G.D.BROCIOUS) 9 octobre 1973 voir revendications 1,3; figure 1 -----	1,18





# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/JP 99/00123

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 3606825	A	11-05-1971	NONE	
US 4545800	A	08-10-1985	AT 43562 T AU 558646 B AU 4318785 A BR 8503434 A CA 1211629 A DK 327185 A EG 17145 A EP 0171637 A FI 852819 A,B, IN 164105 A JP 1621355 C JP 2035695 B JP 61036124 A MX 165847 B PT 80819 A,B TR 22614 A	15-06-1989 05-02-1987 23-01-1986 15-04-1986 23-09-1986 20-01-1986 30-11-1991 19-02-1986 20-01-1986 14-01-1989 09-10-1991 13-08-1990 20-02-1986 07-12-1992 01-08-1985 01-01-1988
US 3938981	A	17-02-1976	NONE	
FR 2150878	A	13-04-1973	AU 455238 B AU 4561672 A BE 787989 A CA 992320 A CH 545255 A DD 101652 A DE 2241701 A GB 1389881 A JP 48032114 A NL 7211550 A ZA 7205630 A	21-11-1974 21-02-1974 26-02-1973 06-07-1976 31-01-1974 12-11-1973 15-03-1973 09-04-1975 27-04-1973 01-03-1973 30-05-1973
DE 19710351	C	20-05-1998	EP 0864543 A	16-09-1998
US 3261677	A	19-07-1966	NONE	
EP 0317551	A	24-05-1989	DE 3718276 A AT 77354 T AT 75706 T AU 603194 B AU 1339588 A BG 49381 A CA 1335535 A CN 1021039 B DD 272290 A DE 3870817 D DE 3872056 D EP 0293545 A FI 882530 A,B, FI 922091 A,B HK 14093 A IN 171025 A JP 1706807 C JP 3075492 B JP 63310734 A JP 1785931 C JP 3183624 A	08-12-1988 15-07-1992 15-05-1992 08-11-1990 01-12-1988 15-10-1991 16-05-1995 02-06-1993 04-10-1989 11-06-1992 23-07-1992 07-12-1988 01-12-1988 08-05-1992 26-02-1993 04-07-1992 27-10-1992 02-12-1991 19-12-1988 31-08-1993 09-08-1991



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/JP 99/00123

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 0317551 A		JP 4076931 B	07-12-1992
		LT 1465 A,B	25-05-1995
		LT 1833 A,B	25-08-1995
		LV 11169 A,B	20-04-1996
		LV 11168 A,B	20-04-1996
		PT 87600 A,B	01-06-1988
		SK 180188 A	07-12-1994
		SU 1836303 A	23-08-1993
		RU 2013383 C	30-05-1994
		TR 25215 A	01-01-1993
		US 4882736 A	21-11-1989
		US 4932035 A	05-06-1990
		ZA 8802900 A	27-10-1988
DD 160186 A	11-05-1983	NONE	
US 3764287 A	09-10-1973	NONE	



# TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

WO 99/37591  
PCT/FR99/00123

**PCT**

## AVIS INFORMANT LE DEPOSANT DE LA COMMUNICATION DE LA DEMANDE INTERNATIONALE AUX OFFICES DESIGNES

(règle 47.1.c), première phrase, du PCT)

Expéditeur: le BUREAU INTERNATIONAL

Destinataire:

RENOUS CHAN, Véronique  
Saint-Gobain Recherche  
39, quai Lucien-Lefranc  
F-93300 Aubervilliers  
FRANCE

6661 110V 9 - *DG LR 1/18*

Date d'expédition (jour/mois/année) 29 juillet 1999 (29.07.99)		
Référence du dossier du déposant ou du mandataire VR2 98005 PCT		AVIS IMPORTANT
Demande internationale no PCT/FR99/00123	Date du dépôt international (jour/mois/année) 22 janvier 1999 (22.01.99)	Date de priorité (jour/mois/année) 26 janvier 1998 (26.01.98)
Déposant SAINT-GOBAIN VITRAGE etc		

1. Il est notifié par la présente qu'à la date indiquée ci-dessus comme date d'expédition de cet avis, le Bureau international a communiqué, comme le prévoit l'article 20, la demande internationale aux offices désignés suivants:  
**AU,CN,EP,IL,JP,KP,KR,US**

Conformément à la règle 47.1.c), troisième phrase, ces offices acceptent le présent avis comme preuve déterminante du fait que la communication de la demande internationale a bien eu lieu à la date d'expédition indiquée plus haut, et le déposant n'est pas tenu de remettre de copie de la demande internationale à l'office ou aux offices désignés.

2. Les offices désignés suivants ont renoncé à l'exigence selon laquelle cette communication doit être effectuée à cette date:  
**AL,AM,AP,AT,AZ,BA,BB,BG,BR,BY,CA,CH,CU,CZ,DE,DK,EA,EE,ES,FI,GB,GE,GH,GM,HR,HU,ID,IS,KE,KG,KZ,LC,LK,LR,LS,LT,LU,LV,MD,MG,MK,MN,MW,MX,NO,NZ,OA,PL,PT,RO,RU,SD,SE,SG,SI,SK,SL,TJ,TM,TR,TT,UA,UG,UZ,VN,YU,ZW**  
La communication sera effectuée seulement sur demande de ces offices. De plus, le déposant n'est pas tenu de remettre de copie de la demande internationale aux offices en question (règle 49.1)a-bis)).
3. Le présent avis est accompagné d'une copie de la demande internationale publiée par le Bureau international le 29 juillet 1999 (29.07.99) sous le numéro WO 99/37591

### RAPPEL CONCERNANT LE CHAPITRE II (article 31.2)a) et règle 54.2)

Si le déposant souhaite reporter l'ouverture de la phase nationale jusqu'à 30 mois (ou plus pour ce qui concerne certains offices) à compter de la date de priorité, la demande d'examen préliminaire international doit être présentée à l'administration compétente chargée de l'examen préliminaire international avant l'expiration d'un délai de 19 mois à compter de la date de priorité.

Il appartient exclusivement au déposant de veiller au respect du délai de 19 mois.

Il est à noter que seul un déposant qui est ressortissant d'un Etat contractant du PCT lié par le chapitre II ou qui y a son domicile peut présenter une demande d'examen préliminaire international.

### RAPPEL CONCERNANT L'OUVERTURE DE LA PHASE NATIONALE (article 22 ou 39.1))

Si le déposant souhaite que la demande internationale procède en phase nationale, il doit, dans le délai de 20 mois ou de 30 mois, ou plus pour ce qui concerne certains offices, accomplir les actes mentionnés dans ces dispositions auprès de chaque office désigné ou élu.

Pour d'autres informations importantes concernant les délais et les actes à accomplir pour l'ouverture de la phase nationale, voir l'annexe du formulaire PCT/IB/301 (Notification de la réception de l'exemplaire original) et le volume II du Guide du déposant du PCT.

Bureau international de l'OMPI 34, chemin des Colombettes 1211 Genève 20, Suisse	Fonctionnaire autorisé J. Zahra
no de télécopieur (41-22) 740.14.35	no de téléphone (41-22) 338.83.38



PCT

ORGANISATION MONDIALE DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE  
Bureau international

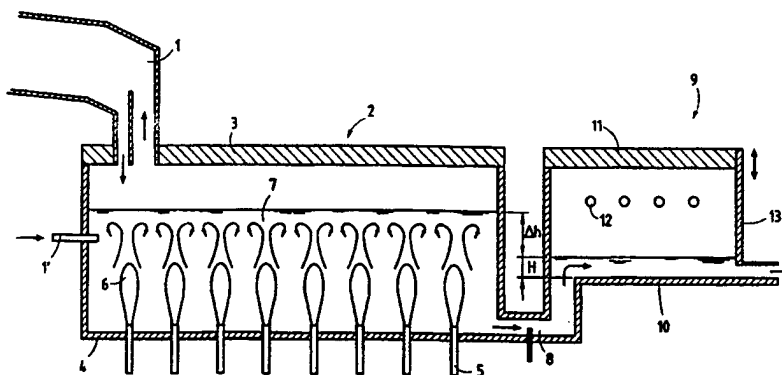


DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(51) Classification internationale des brevets <sup>6</sup> : <b>C03B 5/235, 5/225</b>		A1	(11) Numéro de publication internationale: <b>WO 99/37591</b>
			(43) Date de publication internationale: 29 juillet 1999 (29.07.99)
(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR99/00123			(81) Etats désignés: AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZW, brevet ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SZ, UG, ZW), brevet eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
(22) Date de dépôt international: 22 janvier 1999 (22.01.99)			
(30) Données relatives à la priorité: 98/00806 26 janvier 1998 (26.01.98) FR			
(71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US): SAINT-GOBAIN VITRAGE [FR/FR]; 18, avenue d'Alsace, F-92400 Courbevoie (FR).			
(72) Inventeurs; et (75) Inventeurs/Déposants (US seulement): JEANVOINE, Pierre [FR/FR]; 23, rue de Chambourcy, F-78300 Poissy (FR). MASSART, Tanguy [FR/FR]; Maison Beyoun, F-40380 Poyanne (FR). RODRIGUEZ CUARTAS, Ramon [ES/ES]; Calle Cabrunana, 3, E-33401 Aviles (ES). RODRIGUEZ RODRIGUEZ, Armando [ES/ES]; C.I.D.A., Apartado 88, Avenida de Lugo n° 110, E-33400 Aviles (ES). NUNEZ HERNANDEZ, Juan-Andrés [ES/ES]; Calle Luis Treillard n° 9 9G, E-33400 Salinas (ES).			
(74) Mandataire: RENOUS CHAN, Véronique; Saint-Gobain Recherche, 39, quai Lucien-Lefranc, F-93300 Aubervilliers (FR).			Publiée Avec rapport de recherche internationale.

(54) Title: METHOD AND DEVICE FOR MELTING AND REFINING MATERIALS CAPABLE OF BEING VITRIFIED

(54) Titre: PROCEDE ET DISPOSITIF DE FUSION ET D'AFFINAGE DE MATIERES VITRIFIABLES



(57) Abstract

The invention concerns a method for melting and refining materials capable of being vitrified, such that part of or all the heat energy required for melting said materials capable of being vitrified is supplied by combustion of fossil fuel (s) with at least one oxidant gas, said fuel(s)/gas(es) or the gas products derived from combustion are injected beneath the mass of the materials capable of being vitrified (7). The refining of materials capable of being vitrified after fusion is carried out at least partially in "thin layer" form. The invention also concerns the device for implementing said method and its applications.

(57) Abrégé

L'invention a pour objet un procédé de fusion et d'affinage de matières vitrifiables, tel que tout ou partie de l'énergie thermique nécessaire à la fusion desdites matières vitrifiables est apportée par la combustion de combustible(s) fossile(s) avec au moins un gaz oxydant, le ou les dit(s) combustible(s) ou les produits gazeux dérivés de la combustion sont injectés sous la masse des matières vitrifiables (7). L'affinage des matières vitrifiables après fusion est effectué au moins partiellement sous forme de "craquelure". L'invention concerne également le dispositif pour mettre en œuvre ledit procédé et ses applications.



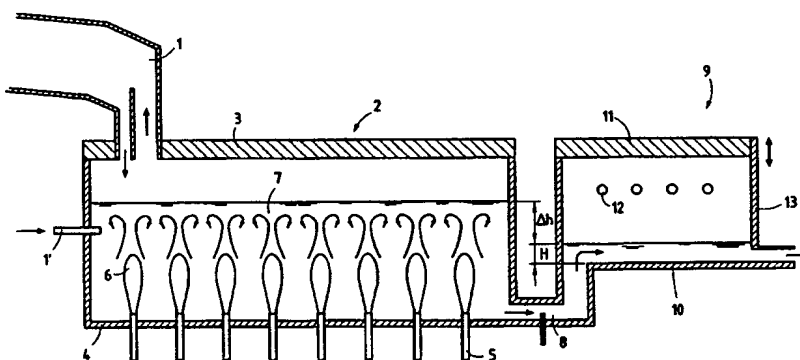


## DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(51) Classification internationale des brevets <sup>6</sup> : <b>C03B 5/235, 5/225</b>	<b>A1</b>	(11) Numéro de publication internationale: <b>WO 99/37591</b> (43) Date de publication internationale: 29 juillet 1999 (29.07.99)
<p>(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR99/00123</p> <p>(22) Date de dépôt international: 22 janvier 1999 (22.01.99)</p> <p>(30) Données relatives à la priorité: 98/00806 26 janvier 1998 (26.01.98) FR</p> <p>(71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US): SAINT-GOBAIN VITRAGE [FR/FR]; 18, avenue d'Alsace, F-92400 Courbevoie (FR).</p> <p>(72) Inventeurs; et (75) Inventeurs/Déposants (US seulement): JEANVOINE, Pierre [FR/FR]; 23, rue de Chambourcy, F-78300 Poissy (FR). MASSART, Tanguy [FR/FR]; Maison Beyoun, F-40380 Poyanne (FR). RODRIGUEZ CUARTAS, Ramon [ES/ES]; Calle Cabrunana, 3, E-33401 Aviles (ES). RODRIGUEZ RODRIGUEZ, Armando [ES/ES]; C.I.D.A., Apartado 88, Avenida de Lugo n° 110, E-33400 Aviles (ES). NUNEZ HERNANDEZ, Juan-Andrés [ES/ES]; Calle Luis Treillard n° 9 9G, E-33400 Salinas (ES).</p> <p>(74) Mandataire: RENOUS CHAN, Véronique; Saint-Gobain Recherche, 39, quai Lucien-Lefranc, F-93300 Aubervilliers (FR).</p>	<p>(81) Etats désignés: AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZW, brevet ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SZ, UG, ZW), brevet eurasién (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).</p> <p><b>Publiée</b> Avec rapport de recherche internationale.</p>	

(54) Title: METHOD AND DEVICE FOR MELTING AND REFINING MATERIALS CAPABLE OF BEING VITRIFIED

(54) Titre: PROCEDE ET DISPOSITIF DE FUSION ET D'AFFINAGE DE MATIERES VITRIFIABLES



## (57) Abstract

The invention concerns a method for melting and refining materials capable of being vitrified, such that part of or all the heat energy required for melting said materials capable of being vitrified is supplied by combustion of fossil fuel (s) with at least one oxidant gas, said fuel(s)/gas(es) or the gas products derived from combustion are injected beneath the mass of the materials capable of being vitrified (7). The refining of materials capable of being vitrified after fusion is carried at out at least partially in "thin layer" form. The invention also concerns the device for implementing said method and its applications.

## (57) Abrégé

L'invention a pour objet un procédé de fusion et d'affinage de matières vitrifiables, tel que tout ou partie de l'énergie thermique nécessaire à la fusion desdites matières vitrifiables est apportée par la combustion de combustible(s) fossile(s) avec au moins un gaz comburant, le(s)dit(s) combustibles/gaz ou les produits gazeux issus de la combustion étant injectés sous le niveau de la masse des matières vitrifiables (7). L'affinage des matières vitrifiables après fusion se fait au moins en partie sous forme de "couche mince". L'invention concerne également le dispositif de mise en oeuvre du procédé et ses applications.

# **UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION**

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AL	Albanie	ES	Espagne	LS	Lesotho	SI	Slovénie
AM	Arménie	FI	Finlande	LT	Lituanie	SK	Slovaquie
AT	Autriche	FR	France	LU	Luxembourg	SN	Sénégal
AU	Australie	GA	Gabon	LV	Lettonie	SZ	Swaziland
AZ	Azerbaïdjan	GB	Royaume-Uni	MC	Monaco	TD	Tchad
BA	Bosnie-Herzégovine	GE	Géorgie	MD	République de Moldova	TG	Togo
BB	Barbade	GH	Ghana	MG	Madagascar	TJ	Tadjikistan
BE	Belgique	GN	Guinée	MK	Ex-République yougoslave de Macédoine	TM	Turkménistan
BF	Burkina Faso	GR	Grèce	ML	Mali	TR	Turquie
BG	Bulgarie	HU	Hongrie	MN	Mongolie	TT	Trinité-et-Tobago
BJ	Bénin	IE	Irlande	MR	Mauritanie	UA	Ukraine
BR	Brésil	IL	Israël	MW	Malawi	UG	Ouganda
BY	Bélarus	IS	Islande	MX	Mexique	US	Etats-Unis d'Amérique
CA	Canada	IT	Italie	NE	Niger	UZ	Ouzbékistan
CF	République centrafricaine	JP	Japon	NL	Pays-Bas	VN	Viet Nam
CG	Congo	KE	Kenya	NO	Norvège	YU	Yougoslavie
CH	Suisse	KG	Kirghizistan	NZ	Nouvelle-Zélande	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	République populaire démocratique de Corée	PL	Pologne		
CM	Cameroun	KR	République de Corée	PT	Portugal		
CN	Chine	KZ	Kazakstan	RO	Roumanie		
CU	Cuba	LC	Sainte-Lucie	RU	Fédération de Russie		
CZ	République tchèque	LI	Liechtenstein	SD	Soudan		
DE	Allemagne	LK	Sri Lanka	SE	Suède		
DK	Danemark	LR	Libéria	SG	Singapour		
EE	Estonie						

## PROCÉDE ET DISPOSITIF DE FUSION ET D'AFFINAGE DE MATIERES VITRIFIABLES

L'invention concerne un procédé de fusion et d'affinage de matières vitrifiables en vue d'alimenter en verre fondu en continu des installations de formage du verre.

Sont plus particulièrement visées les installations de formage de verre plat comme les installations float ou de laminage, mais aussi les installations de formage de verre creux du type bouteille, flacon, de fibres de verre du type laine minérale d'isolation thermique ou phonique ou encore de fils de verre textile dits de renforcement.

Beaucoup de travaux de recherche ont porté sur ces procédés comportant schématiquement une première étape de fusion, suivie d'un affinage destiné à conditionner thermiquement et chimiquement le verre fondu, à en supprimer les infondus, les bulles, toute cause de défauts apparaissant après formage.

Dans le domaine de la fusion, on a ainsi cherché, par exemple, à accélérer la fusion, ou à en améliorer le rendement énergétique. On peut ainsi citer le procédé consistant à échauffer rapidement, de manière homogène et contrôlée les matières vitrifiables, en opérant un intense brassage mécanique permettant de mettre intimement en contact les matières vitrifiables encore solides avec la phase déjà liquide. Ce procédé est notamment détaillé dans les brevets FR-2 423 452, FR-2 281 902, FR-2 340 911, FR-2 551 746, et utilise généralement des moyens de chauffage électriques du type électrodes immergées.

Un autre type de procédé de fusion a été développé, par exemple du type de ceux décrits dans les brevets US-3 627 504, US-3 260 587 ou US-4 539 034, consistant à utiliser comme moyens de chauffage des brûleurs immergés, c'est-à-dire des brûleurs alimentés en gaz et en air, généralement disposés de manière à affleurer au niveau de la sole de façon à ce que la flamme se développe au sein même de la masse des matières vitrifiables en cours de liquéfaction.

Dans un cas comme dans l'autre, si l'on parvient effectivement à diminuer très significativement le temps de séjour des matières vitrifiables dans la chambre de fusion, à augmenter considérablement le rendement de production par rapport à des fusions " classiques ", en revanche, le verre en fusion se présente sous forme d'une mousse qu'il est délicat d'affiner : il est notamment difficile de garantir la même qualité au verre final, notamment optique.

Des recherches ont également été faites dans le domaine de l'affinage. Ainsi, il est par exemple connu du brevet FR-2 132 028 un procédé d'affinage par centrifugation à l'aide d'un dispositif dont les parois internes délimitent une chambre cylindrique d'axe vertical et que l'on met en rotation. Le verre en fusion alimente le dispositif en partie supérieure, et se répartit dans la chambre en définissant une cavité paraboloidale s'établissant naturellement sous l'effet de la force centrifuge.

L'invention a alors pour but l'amélioration de procédés de fusion et d'affinage, visant notamment à utiliser des installations plus compactes et/ou à être plus souples de fonctionnement, et/ou de plus grand rendement de production, et/ou à fabriquer du verre jusque-là difficile à fondre ou à affiner et/ou de plus faible coût énergétique, etc..., sans que ces avantages industriels soient obtenus au détriment de la qualité du verre produit.

L'invention a tout d'abord pour objet un procédé de fusion et d'affinage de matières vitrifiables qui se caractérise par la combinaison de deux caractéristiques :

➡ d'une part, tout ou partie de l'énergie thermique nécessaire à la fusion des matières vitrifiables est apportée par la combustion de combustible(s) fossile(s) avec au moins un gaz comburant, lesdits combustibles/gaz ou les produits

gazeux issus de la combustion étant injectés sous le niveau de la masse des matières vitrifiables,

➡ d'autre part, l'affinage des matières vitrifiables après fusion se fait au moins en partie sous forme de " couche mince ".

Au sens de l'invention, on comprend par affinage " en couche mince " un affinage où l'on contraint les matières vitrifiables en fusion à s'écouler sur une profondeur/épaisseur très faible, pour fixer les idées de par exemple au plus 15 cm et même au plus 10 cm, et cela par différents moyens. On peut notamment contraindre les matières en fusion à s'écouler entre deux parois matérielles rapprochées, la distance les séparant définissant la profondeur/épaisseur de la couche mince (l'écoulement s'obtenant par la force centrifuge ou par simple gravité, par exemple). On peut aussi obtenir ces caractéristiques de couche mince par d'autres moyens, notamment par le choix des dimensions du ou des compartiments d'affinage, du choix des moyens pour les alimenter en entrée ou de les soutirer en sortie. Certains de ces moyens seront détaillés par la suite. En fait, l'intérêt majeur d'imposer ainsi une faible épaisseur au courant des matières vitrifiables en cours d'affinage est que l'on parvient ainsi à réduire considérablement le trajet des bulles contenues dans ces matières en fusion vers la surface libre de celles-ci ou vers les parois qu'elles sont contraintes de longer, et que l'on facilite l'éclatement et l'évacuation de ces bulles.

Il s'est avéré qu'il y avait en fait une synergie extrêmement avantageuse sur le plan industriel entre l'utilisation d'une fusion appelée ci-après " par brûleurs immergés " pour plus de simplicité et celle d'un affinage en " couche mince " tel que défini plus haut.

Cependant, cette combinaison était loin de s'imposer comme une évidence, et on aurait pu s'attendre à ce que tous les avantages détaillés ci-après ne s'obtiennent qu'au prix d'une qualité de verre médiocre, ce qui n'a pas été le cas. En effet, dans l'invention, on utilise un affinage très particulier, en changeant en outre un paramètre de taille, à savoir qu'au lieu d'alimenter la zone d'affinage en verre fondu " classique " à affiner, on l'alimente ici en fait en un verre obtenu par fusion par brûleurs immergés, c'est-à-dire en verre aux caractéristiques tout-à-fait particulières en ce sens qu'il est globalement

mousseux, avec une densité relativement faible par rapport à celle d'un verre standard à affiner. Rien ne laissait supposer que l'on parviendrait à affiner correctement en couche mince un verre relativement mousseux au départ.

Or de manière surprenante, cela s'est avéré possible car on a découvert que ce verre mousseux issu d'une fusion par brûleurs immergés présentait également la caractéristique de contenir des bulles de relativement grande dimension : si le verre en sortie de chambre de fusion selon l'invention est effectivement sous forme d'une sorte de mousse qu'il reste à affiner, on peut contrôler la taille des bulles qu'il contient, et notamment supprimer, dans certaines configurations préférées et pour certaines compositions de matières vitrifiables, quasiment toutes les bulles les plus petites, c'est-à-dire de diamètre d'environ moins de 100  $\mu\text{m}$  et même moins de 200  $\mu\text{m}$ , en effectuant sur ce verre lors de sa fusion une sorte de "micro-affinage" préalable au véritable affinage suivant la fusion, micro-affinage facilitant la coalescence des bulles, la disparition des plus petites bulles au profit des plus grosses et favorisé par l'ajout dans les matières vitrifiables d'agents d'aide à l'affinage du type coke ou sulfates. En outre, ce verre en sortie de chambre de fusion a généralement un taux résiduel d'infondus relativement faible : la conjonction de "grosses" bulles et de peu d'infondus autorise ainsi l'utilisation d'un affinage en couche mince, en facilitant grandement l'affinage dont au moins une partie se trouve avoir déjà été réalisée de facto lors de la fusion. Des bulles "grosses" présentent une vitesse d'ascension plus grande, coalescent plus vite, en final s'évacuent plus vite.

A noter également que, généralement, le verre issu d'une fusion par brûleurs immergés ne contient que peu de sulfate, dont le taux résiduel avant affinage peut descendre jusqu'à moins de 600 ppm, notamment moins de 200 ou 100 ppm, voire moins de 50 ppm en poids exprimé en  $\text{SO}_3$ , quel que soit le type de matières vitrifiables pouvant contenir au non des sulfates de manière involontaire, voire en ajoutant volontairement des sulfates. Cela s'expliquerait par la pression partielle d'eau générée par la combustion immergée.

A noter qu'un verre désulfaté donne moins de problèmes de composés volatils dans le bain float, moins de risque de formation de sulfure d'étain et donc en final moins de risque de défaut d'étain sur la feuille de verre. Cela

diminue la quantité de sulfures (voire la supprime totalement) dans le cas de verres réduits, notamment des sulfures de fer donnant des couleurs résiduelles jaunes/ambres peu souhaitées ou des inclusions de sulfure de nickel, qui peuvent provoquer la casse du verre lors de traitements thermiques du type trempe.

L'invention permet ainsi éventuellement d'avoir des verres très pauvres en sulfate avant même l'opération d'affinage, donc des verres au moins aussi pauvres après affinage, et ceci sans avoir à purifier/sélectionner des matières vitrifiables pour qu'elles aient peu de sulfate. Au contraire, on peut même ajouter du sulfate au départ.

Un effet avantageux obtenu par la combinaison selon l'invention, concerne le coût énergétique du procédé : la fusion par brûleurs immergés permet de ne pas avoir recours à la fusion électrique du type électrodes immergés, dont le coût peut être très significatif suivant les pays. En outre, et c'est le point le plus important, la fusion par brûleurs immergés crée un brassage convectif au sein des matières vitrifiables en cours de liquéfaction, comme détaillé par la suite. Ce mélange très fort entre matières non encore liquéfiées et celles qui sont déjà en fusion est extrêmement efficace, et permet d'obtenir une fusion, à matières vitrifiables de composition chimique identique, à température moins élevée et/ou beaucoup plus rapide qu'avec des moyens de chauffage traditionnels.

Les températures rencontrées dans la fusion peuvent être globalement moins élevées que dans des procédés usuels, ce qui est très intéressant économiquement, simplement en terme de coût énergétique, mais également par le choix des matériaux du type réfractaires entrant dans la fabrication des installations : moins chauds, ils se corrodent moins vite.

Les temps de séjour dans la zone de fusion et dans celle de l'affinage sont significativement réduits et compatibles, ce qui est évidemment très positif sur le rendement de production, sur la tirée de l'installation dans son ensemble. Parallèlement, l'invention permet d'obtenir des installations très compactes : en effet, la fusion par brûleurs immergés, toujours grâce au brassage très fort qu'elle provoque, permet de réduire considérablement la taille de la chambre de fusion. Et l'affinage en couche mince a les mêmes

conséquences sur la taille du ou des compartiments où s'effectue cette opération. En diminuant ainsi la profondeur de verre lors de l'affinage, on évacue plus vite les bulles et on peut donc réduire considérablement la " longueur " (dans le sens d'écoulement du verre) du ou des compartiments d'affinage. Globalement, l'installation peut donc être très compacte, avec des gains clairs en termes de coût de construction, de simplification de fonctionnement, de réduction de l'usure des matériaux de construction, ...

En ce qui concerne l'opération de fusion, le comburant choisi peut être selon l'invention à base d'air, d'air enrichi en oxygène ou même substantiellement à base d'oxygène. Une forte concentration en oxygène dans le comburant est en effet avantageux pour différentes raisons : on diminue ainsi le volume des fumées de combustion, ce qui est favorable sur le plan énergétique et ce qui évite tout risque d'une fluidisation excessive des matières vitrifiables pouvant provoquer des projections sur les superstructures, voûtes de la chambre de fusion. En outre, " les flammes " obtenues sont plus courtes, plus émissives, ce qui permet un transfert plus rapide de leur énergie vers les matières vitrifiables, et accessoirement de diminuer si on le souhaite la profondeur du " bain " de matières vitrifiables en cours de liquéfaction. On parle ici de " flammes ", mais ce ne sont pas forcément des flammes au sens habituel du terme. On peut parler plus généralement, comme dans la suite du texte, de " combustions ". En outre, toute éventuelle émission de gaz NOx polluant est ainsi réduite au minimum.

En ce qui concerne le choix du combustible, celui-ci peut être du type combustible fossile gazeux ou non tel que du gaz naturel, le propane, du fioul ou tout autre combustible hydrocarboné. Il peut aussi s'agir d'hydrogène. Le procédé de fusion par brûleurs immergés selon l'invention est alors un moyen avantageux d'utiliser de l'hydrogène, par ailleurs difficilement utilisable avec des brûleurs " aériens ", non immergés, étant donné le caractère peu émissif des flammes obtenues par la combustion entre H<sub>2</sub> et O<sub>2</sub>.

Combiner dans une fusion par brûleurs immergés l'utilisation d'un comburant oxygène et celle d'un combustible hydrogène est un bon moyen d'assurer un transfert thermique efficace de l'énergie des brûleurs au verre en fusion, conduisant par ailleurs à un procédé totalement " propre ", c'est-à-dire



sans émission d'oxyde d'azote  $\text{NO}_x$ , ni de gaz à effet de serre du type  $\text{CO}_2$  autre que celui pouvant provenir de la décarbonatation des matières premières.

Avantageusement, la fusion s'effectue selon l'invention dans au moins une chambre de fusion que l'on équipe de brûleurs disposés de façon à ce que leur combustion ou gaz de combustion se développent dans la masse des matières vitrifiables en cours de fusion. On peut ainsi les faire traverser ses parois latérales, la sole et/ou les suspendre par le dessus, en les accrochant à la voûte ou à toute superstructure appropriée. Ces brûleurs peuvent être tels que leurs conduits d'amenée des gaz affleurent la paroi qu'ils traversent. Il peut être préférable que ces conduits " entrent " au moins en partie dans la masse des matières vitrifiables, de manière à éviter que les flammes ne soient à trop grande proximité des parois et n'entraînent des usures prématurées des matériaux réfractaires. On peut aussi choisir de n'injecter que les gaz de combustion, les combustions étant réalisées hors de la chambre de fusion à proprement dite.

Comme évoqué plus haut, il s'est avéré que ce mode de chauffage provoquait par convection un brassage intense des matières vitrifiables : des boucles de convection se forment ainsi de part et d'autre des combustions ou " flammes " ou courants de gaz de combustion, mêlant en permanence matières fondues et non encore fondues de manière très efficace. On retrouve ainsi les caractéristiques très favorables d'une fusion " agitée ", sans avoir recours à des moyens d'agitation mécaniques peu fiables et/ou susceptibles d'usure rapide.

De préférence, on règle la hauteur de la masse des matières vitrifiables dans la chambre de fusion ainsi que celle sur laquelle se développent les combustions ou gaz issus de la combustion pour que ces combustions/gaz restent dans la masse desdites matières vitrifiables : le but est de laisser s'établir ainsi les boucles de circulation convective dans la matière en cours de liquéfaction.

De manière générale, ce type de fusion permet de réduire considérablement l'émission de tout type de poussières au niveau de la chambre de fusion, et de gaz type  $\text{NO}_x$  car les échanges thermiques se font très vite, évitant les pics de températures susceptibles de favoriser la

formation de ces gaz. Il réduit également considérablement l'émission des gaz de type  $\text{CO}_2$ , la consommation énergétique totale de l'installation étant plus faible qu'avec des dispositifs conventionnels utilisant des fours à flammes fonctionnant en inversion par exemple.

On peut optionnellement prévoir de faire précéder la fusion par une étape de préchauffage des matières vitrifiables, à une température cependant nettement inférieure à celle nécessaire pour les liquéfier, par exemple à au plus  $900^\circ\text{C}$ . Pour réaliser ce préchauffage, on peut avantageusement récupérer l'énergie thermique des fumées. En les épuisant ainsi thermiquement, on peut globalement diminuer la consommation énergétique spécifique de l'installation.

Les matières vitrifiables peuvent comprendre des matières premières, mais aussi du calcin, voire des déchets destinés à être vitrifiés. Elles peuvent comprendre également des éléments combustibles (organiques) : on peut ainsi recycler, par exemple, des fibres minérales ensimées, avec liant (du type de celles utilisées dans l'isolation thermique ou acoustique ou de celles utilisées dans le renforcement de matière plastique), des vitrages feuilletés avec des feuilles de polymère du type polyvinylbutyral tels que des parebrises, ou tout type de matériau " composite " associant du verre et des matériaux plastiques tels que certaines bouteilles. On peut aussi recycler des " composites verre-métal ou composés métalliques " tels que vitrages fonctionnalisés avec des revêtements contenant des métaux, jusque-là difficiles à recycler car cela risquait d'entraîner un enrichissement progressif de la chambre de fusion en métaux s'accumulant à la surface de la sole. Mais le brassage imposé par la fusion selon l'invention permet d'éviter cette sédimentation, et ainsi de recycler, par exemple, des vitrages revêtus de couches d'émail, de couches de métal et/ou de différents éléments de connectique.

L'invention a aussi pour objet le recyclage de tous ces éléments composites contenant du verre grâce à la fusion par brûleurs immergés dans un four verrier. On peut notamment prévoir des fours à brûleurs immergés dont la fonction essentielle est la fabrication d'un calcin à partir de ces matériaux divers à recycler, calcin particulier pouvant ensuite servir comme matières premières, associé ou non à du calcin standard, pour des fours verriers traditionnels.

Avantageusement, on peut prévoir d'introduire tout ou partie des matières vitrifiables dans la chambre de fusion sous le niveau de la masse des matières vitrifiables en cours de fusion. On peut introduire une partie de ces matières de façon habituelle au-dessus de la masse en cours de liquéfaction, et le reste en-dessous, par exemple par des moyens d'amenée du type vis sans fin. On peut ainsi introduire les matières directement dans la masse en cours de liquéfaction, en un seul point ou en différents points répartis dans les parois de la chambre de fusion. Une telle introduction directement dans la masse de matières en cours de liquéfaction (ci-après désignée par " bain de verre ") est avantageuse à plus d'un titre : d'abord, elle diminue considérablement tous les risques d'envol des matières premières au-dessus du bain de verre, donc réduit au minimum le taux de poussières solides émises par le four. Ensuite, elle permet de mieux contrôler le temps de séjour minimal desdites matières avant extraction vers la zone d'affinage, et de les introduire sélectivement là où le brassage convectif est le plus fort, selon la disposition des brûleurs immergés. Ce ou ces points d'introduction dans le bain de verre peut (peuvent) ainsi se trouver à proximité de la surface, ou plus profondément dans le bain de verre, par exemple à une hauteur de bain de verre comprise entre 1/5<sup>ème</sup> et 4/5<sup>ème</sup> de la profondeur totale du bain de verre à partir du niveau de la sole, ou encore entre 1/3 et 2/3 de ladite profondeur.

On a vu que le procédé selon l'invention permettait de recycler des matériaux plastiques, sous forme de produits composites associés avec du verre tout particulièrement, ces plastiques servant ainsi pour partie de combustible. Il est également possible, et avantageux, d'introduire tout ou partie du combustible nécessaire à la fusion par brûleurs immergés sous forme de combustible solide (matériaux organiques de type polymère, charbon) ou même de combustible liquide, ce combustible venant se substituer en partie au moins aux combustibles (notamment fossiles) liquides ou gazeux alimentant les brûleurs. De manière générale, le terme de " matières vitrifiables " ou " matières premières " utilisé dans le présent texte vise à englober les matières nécessaires à l'obtention d'une matrice vitreuse (ou céramique ou vitrocéramique), mais également tous les additifs (additifs d'affinage ...), tous

les combustibles liquides ou solides éventuels (plastique de matériau composite ou non, matières organiques, charbons, ...), et tout type de calcin.

On peut aussi recycler des vitrages feuilletés avec des feuilles de polymère de type polyvinylbutyral, tels que des parebrises équipant les véhicules, ou d'autres types de matériaux composites associant du verre et des matériaux plastiques tels que certaines bouteilles par exemple.

On peut aussi recycler des vitrages fonctionnalisés avec des revêtements contenant des métaux, jusque-là difficiles à recycler car cela risquait d'entraîner un enrichissement progressif de la chambre de fusion en métaux s'accumulant à la surface de la sole. Mais le brassage imposé par la fusion selon l'invention permet d'éviter cette sédimentation, et ainsi de recycler, par exemple, des vitrages revêtus de couches d'émail, de couche de métal, de différents éléments de connectique.

Le procédé selon l'invention peut fonctionner avec un taux de calcin élevé.

Comme mentionné plus haut, l'affinage selon l'invention est donc opéré sur des matières vitrifiables en fusion du type verre à l'état relativement mousseux. Typiquement, cette " mousse " a une masse volumique d'environ 0,5 à 2 g/cm<sup>3</sup>, notamment 1 à 2 g/cm<sup>3</sup> par exemple (à comparer à une masse volumique de l'ordre de 2,3 ou 2,4 g/cm<sup>3</sup> pour du verre non mousseux), elle peut avoir un taux de sulfate d'au plus 600 ou même d'au plus 100 ppm exprimé en poids de SO<sub>3</sub> et surtout contenir une majorité de bulles de diamètre d'au moins 100 ou 200 µm.

Pour améliorer les performances de l'affinage, on ajoute de préférence aux matières vitrifiables des additifs d'aide à l'affinage divers, le but était notamment de faire disparaître du verre les bulles de diamètre inférieur à 100 et même inférieur à 200 µm dès le stade de la fusion, comme évoqué plus haut. Il peut s'agir d'additifs réducteurs, tel que le coke (qui permet aussi d'ajuster le rédox du verre). Dans ce cas, il est avantageux de sélectionner de la poudre de coke de granulométrie moyenne inférieure à 200 µm. Il peut aussi s'agir de sulfates. D'autres additifs d'aide à l'affinage seront plutôt efficaces lors du stade d'affinage à proprement parlé, après celui de la fusion. Ils permettent notamment de " déstabiliser " la mousse : il s'agit par exemple de

fluor ou composé fluoré ou chloré, plus généralement d'halogénures, ou encore de nitrate du type  $\text{NaNO}_3$  : le fluor (halogène) paraît abaisser la viscosité du verre, il permettrait ainsi de faciliter le drainage des films qui se forment entre les bulles, drainage favorisant l'effondrement de la mousse. Il abaisse aussi la tension de surface du verre.

Avantageusement, le procédé selon l'invention permet d'opérer la fusion à des températures n'excédant pas  $1400^\circ\text{C}$ , notamment d'au plus  $1380$  ou  $1350^\circ\text{C}$ , et l'affinage à des températures n'excédant pas  $1500^\circ\text{C}$ .

L'affinage selon l'invention, selon une première variante, peut être fait dans au moins un compartiment statique (immobile en fonctionnement) en aval de la chambre de fusion, du type canal d'écoulement, et muni de moyen(s) pour contraindre les matières vitrifiables en fusion à s'affiner en couche mince, notamment sur une profondeur d'au plus  $15$  cm ou d'au plus  $10$  cm. Ce(s) moyen(s) peuvent également avantageusement contribuer à éviter la formation d'un courant de verre de retour dans la masse des matières vitrifiables en fusion s'écoulant dans le(s)dit(s) compartiment(s). Le " courant de retour " se rapporte aux courroies de recirculation convective que l'on trouve au sein des matières vitrifiables dans la plupart des compartiments d'affinage conventionnels. Pour plus de détails sur un mode d'obtention non limitatif de la suppression de ce courant de retour et les avantages qui y sont liés, on se reportera avantageusement par exemple au brevet EP-616 983.

Il s'est en effet avéré qu'un très grand avantage lié à un écoulement en couche mince était que l'on pouvait supprimer tout courant de retour, en ayant dans le compartiment d'affinage un écoulement du type écoulement piston. Dans un écoulement piston, les matières en fusion n'ont plus de composante de vitesse dirigée vers le bas, les bulles tendant à monter vers la surface du verre ne peuvent plus être contraintes de " replonger " à nouveau dans le bain par un entraînement dû aux courants de recirculation convective ainsi supprimés.

Selon une seconde variante, l'affinage en couche mince est opéré soit dans la chambre de fusion même, soit dans au moins un compartiment statique situé en aval de celle-ci, en conférant aux matières vitrifiables en fusion un trajet descendant par gravité entre au moins deux parois voisines,

essentiellement parallèles entre elles, au moins partiellement immergées dans la masse en fusion et inclinées par rapport au plan de la sole de la chambre ou du compartiment en fusion (ou, autrement dit, inclinées selon des plans essentiellement parallèles entre eux et inclinés par rapport à l'axe longitudinal de la chambre de fusion ou du compartiment aval en question). Avantageusement, ces parois peuvent être intégrées dans un ou plusieurs éléments structurels tel(s) que des éléments tubulaires, notamment de section approximativement rectangulaire, cloisonnés longitudinalement (par une pluralité de cloisons) : on obtient ainsi un affinage en formant une pluralité de couches minces de verre à affiner coulant le long des « lamelles » constituées par les parois mentionnées plus haut, affinage dont le mode de fonctionnement sera détaillé par la suite à l'aide des figures.

Selon une troisième variante, l'affinage est opéré en aval de la chambre de fusion, mais dans un compartiment susceptible d'être mis en rotation afin d'assurer l'affinage par centrifugation, ce compartiment étant en outre muni de moyen(s) pour contraindre les matières vitrifiables en fusion à s'affiner en couche mince sur une " épaisseur relative "  $R1/R0$  d'au moins 0,8, ou, en valeurs absolues, sur une " épaisseur absolue " d'au plus 10 cm.

Au sens de l'invention, on comprend le rapport  $R1/R0$  de la façon suivante :  $R0$  est le rayon moyen de la cavité sensiblement cylindrique que délimite le compartiment et dans laquelle s'écoule la matière en fusion,  $R1$  est le rayon moyen des moyens de cloisonnement que l'on introduit dans la cavité pour imposer aux matières en fusion un trajet entre les parois internes de la cavité et les moyens de cloisonnement.

Une troisième variante consiste à combiner les deux précédentes, notamment en utilisant pour l'affinage un premier compartiment statique, puis un second en rotation.

(Dans le cadre de l'invention, les termes " amont " et " aval " se réfèrent à la direction de l'écoulement du verre dans l'installation depuis l'enfournement des matières vitrifiables dans la chambre de fusion jusqu'à l'extraction du verre affiné).

Le procédé de fusion/d'affinage selon l'invention permet de fabriquer des verres de compositions et de propriétés très variées. Du fait de sa faible

inertie, il permet d'ailleurs de passer d'une composition à une autre avec des temps de transition très courts. Il permet d'alimenter en verre fondu affiné des installations de formage de verre plat, de verre creux, de laine de verre ou de fils de verre de renforcement.

Il permet ainsi de fabriquer des verres relativement réduits, présentant notamment un rédox supérieur ou égal à 0,3. (On définit le rédox comme le rapport de la teneur en pourcentage en poids de fer ferreux  $\text{FeO}$  sur la teneur en fer total pondéral de la composition exprimée sous forme de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ).

Il permet également de fabriquer des verres à taux de  $\text{SiO}_2$  élevé, par exemple d'au moins 72 ou même au moins 75% en poids, verres généralement difficiles à fondre, mais intéressants, notamment en termes de coût de matières premières, du fait qu'ils sont de faible densité, et qu'ils présentent une très bonne compatibilité avec des matériaux plastiques. Il permet aussi de fabriquer des verres assez particuliers, à fort taux d'oxyde d'alcalino-terreux, par exemple contenant au moins 18% en poids de  $\text{CaO}$ , pourtant assez corrosifs avec les procédés de fusion traditionnels à plus haute température que dans l'invention, ainsi que des verres à faible taux d'oxyde de sodium, d'au plus 11% en poids par exemple, ou à faible taux de sulfates, d'au plus 600 ppm par exemple. Des verres contenant du fer, de rédox élevé mais à teneur en sulfate faible permettent également l'obtention de verres à couleur résiduelle dans les bleus, particulièrement esthétique et recherchée dans le domaine du verre plat pour l'automobile et pour le bâtiment par exemple. On peut ainsi obtenir des verres anti-solaires très sélectifs, sur lesquels on peut déposer des couches anti-solaires pour en renforcer les performances thermiques, du type  $\text{TiN}$  par exemple, couches décrites notamment dans les brevets EP-638 527 et EP-511 901.

L'invention a également pour objet un dispositif de fusion et d'affinage, notamment adapté pour la mise en oeuvre du procédé décrit plus haut, et qui comporte :

➡ au moins une chambre de fusion équipée de brûleurs alimentés en combustibles fossile(s) du type gaz (naturel) et en comburant(s) du type air ou oxygène, lesdits brûleurs étant disposés de façon à injecter ces gaz ou les gaz

issus de la combustion sous le niveau de la masse des matières vitrifiables introduite dans ladite chambre de fusion,

➡ des moyens pour contraindre les matières vitrifiables en fusion à s'affiner sous forme de "couche mince", lesdits moyens étant compris dans la chambre de fusion même ou dans au moins un compartiment d'affinage en aval de celle-ci.

Avantageusement, comme évoqué précédemment, la chambre de fusion peut être équipée d'au moins un moyen d'introduction de matières vitrifiables sous le niveau du bain de verre, notamment au moins deux et de préférence sous forme d'ouverture(s) dans les parois associée(s) à un moyen d'amenée du type vis sans fin. On minimise ainsi les risques d'envol de poussières, tout en prévoyant éventuellement aussi une introduction au-dessus du bain de verre pour les matières vitrifiables comme la silice sur lesquelles on peut opérer une opération de préchauffage sans risque de prise en masse.

Indépendamment de l'opération d'affinage aussi, l'invention a également porté sur des améliorations de conception concernant les parois de la chambre de fusion destinées à être en contact avec le bain de verre. Plusieurs variantes sont possibles. Dans certain cas, on peut utiliser simplement des matériaux réfractaires connus à base d'oxyde comme l'alumine, la zircone, l'oxyde de chrome, les réfractaires dits AZS (alumine-zircone-silice). On préfère généralement les associer à un système de refroidissement par circulation de fluide du type eau ("water-jacket" ou refroidissement par boîte à eau en français). On peut prévoir de disposer la boîte à eau côté extérieur, les réfractaires étant alors en contact direct avec le verre, ou côté intérieur. La boîte à eau a alors pour fonction de créer une veine de verre plus froide à proximité de réfractaires, particulièrement sollicités dans ce contexte car le bain de verre généré par les brûleurs immergés provoque des courants convectifs forts contre les parois.

Une autre variante consiste à ne pas utiliser de réfractaires dans la zone du bain de verre, mais uniquement la boîte à eau évoquée plus haut.

Une autre variante consiste à utiliser des matériaux réfractaires, (éventuellement associés à un système de refroidissement du type boîte à eau) et à les doubler d'un garnissage en un métal hautement réfractaire tel que le molybdène (ou alliage de Mo). Ce garnissage peut avantageusement être



maintenu à distance (par exemple 1 à quelques millimètres) des parois des réfractaires, et offrir au bain de verre une surface de contact continue (plaque(s) pleine(s) en Mo) ou non, (plaque(s) percée(s) d'orifices en Mo). Ce garnissage a pour but d'éviter mécaniquement une convection directe du verre sur les réfractaires, en générant une couche de verre "calme" le long des réfractaires voire en supprimant tout contact du verre avec ces derniers.

Dans la chambre de fusion, on a conçu de préférence tout ou partie des brûleurs immergés de façon à ce qu'ils puissent injecter dans le bain de verre un fluide ne participant pas à la combustion, en substitution (temporaire) au comburant et/ou au combustible. Ce fluide peut être un gaz inerte du type  $N_2$  ou un fluide de refroidissement du type eau liquide se vaporisant immédiatement dans le bain de verre. Le fait d'arrêter ainsi la combustion temporairement tout en continuant à injecter un fluide au niveau du brûleur a généralement deux objectifs : soit on veut arrêter le fonctionnement du brûleur et plus généralement par exemple de la chambre de fusion dans son ensemble, l'injection de gaz inerte du type  $N_2$  permettant de sécuriser la chambre au niveau des brûleurs, soit on veut changer le brûleur contre un autre alors que les autres brûleurs fonctionnent et qu'on est donc toujours en présence d'un bain de verre en fusion. Dans ce cas, comme détaillé par la suite, projeter de façon appropriée de l'eau via le brûleur permet de figer temporairement le verre au-dessus du brûleur en créant une sorte de "cloche", ce qui laisse un laps de temps suffisant pour procéder au changement sans enverrer le brûleur.

Selon la première variante évoquée plus haut, le compartiment d'affinage est statique. Il comporte un canal d'écoulement comprenant un chenal et une voûte. Les moyens pour contraindre les matières vitrifiables en fusion à s'affiner dans le canal en couche mince, notamment sur une profondeur inférieure à 15 cm, créant ainsi un écoulement de type piston, sont d'ordre par exemple structurel et comprennent la sélection appropriée du rapport de la hauteur moyenne sur la largeur moyenne dudit canal, rapport inférieur à 1 et même inférieur à 0,5.

Ce canal peut comprendre, cumulativement ou alternativement avec les moyens précédents, des moyens pour contraindre les matières vitrifiables à s'affiner en couche mince sous forme de moyens de réglage/régulation du

débit des matières à l'entrée et/ou à la sortie dudit canal, ou juste en amont de ce dernier.

Ce canal peut comprendre, cumulativement ou alternativement avec les moyens précédents, d'autres moyens pour l'obtention d'un affinage en couche mince, à écoulement piston. En fait, généralement, ces moyens consistent à prendre en compte le débit de matière dans le compartiment d'affinage et la surface développée par le bain de matières en fusion dans le compartiment de fusion, de façon à déterminer la profondeur suffisamment faible pour obtenir une couche mince à écoulement piston. Le canal peut par ailleurs être équipé de moyens de chauffage, notamment du type brûleurs conventionnels disposés au-dessus des matières vitrifiables, de préférence des brûleurs à oxygène.

Le canal peut également être muni de moyens d'homogénéisation des matières vitrifiables, du type agitateurs mécaniques par exemple.

Selon la seconde variante, la chambre de fusion ou le compartiment d'affinage en aval de celle-ci comprend au moins un moyen structurel d'affinage en couche mince sous forme d'au moins deux parois voisines sensiblement parallèles, destinées à être immergées au moins en partie dans la masse à affiner et inclinées par rapport à la sole de la chambre ou du compartiment. De préférence, ces parois sont intégrées dans un ou des éléments tubulaires décrits plus haut. Avantageusement, ceux-ci sont disposés dans la chambre de fusion même et débouchent dans l'ouverture d'évacuation aval de ladite chambre.

Selon la troisième variante, le compartiment d'affinage comporte au moins un appareil susceptible d'être mis en rotation pour assurer l'affinage par centrifugation, les parois internes dudit appareil délimitant sensiblement la forme d'un cylindre creux vertical au moins dans sa partie médiane.

Pour contraindre les matières vitrifiables à circuler en couche mince dans cet appareil centrifugeur, on peut équiper avantageusement la cavité de ce dernier de cloison(s) sur au moins une partie de sa hauteur, venant contraindre les matières en fusion à s'écouler entre les parois internes de l'appareil et ces cloisons, la distance moyenne parois/cloisons définissant " l'épaisseur " de la couche mince. En fait, selon l'invention, on empêche de se former le profil en

forme de parabole que prend naturellement le verre en fusion quand il est centrifugé " librement ", c'est-à-dire uniquement cantonné par des parois extérieures de type cylindrique. Au contraire, selon l'invention, on l'oblige à longer les parois de l'appareil et des cloisons que l'on a installées dans le corps du centrifugeur, sur une épaisseur relativement constante sur la hauteur du centrifugeur et bien plus faible que si on laissait s'établir le profil paraboloidal évoqué plus haut. On gagne ainsi considérablement en efficacité, les bulles venant s'éclater sous la force centripète beaucoup plus vite sur les cloisons, le trajet des bulles étant beaucoup plus court. On peut parler d'un écoulement piston comme dans la variante statique. Cela permet de réduire la hauteur du centrifugeur, sa taille tout en gardant les mêmes performances. De préférence, la distance cloisons/parois est d'au plus quelques centimètres, ou définie par le rapport  $R1/R0$  d'au moins 0,8, rapport explicité plus haut.

Selon une conception préférée, l'appareil est alimenté en partie supérieure en matières vitrifiables en fusion pour un moyen d'amenée statique du type canal d'écoulement. Ces moyens d'amenée peuvent comprendre au moins un compartiment mis sous pression réduite pour permettre l'alimentation de l'appareil et/ou d'opérer un premier affinage.

L'appareil peut avantageusement être muni de moyens de piégeage de particules solides de densité supérieure à celle du verre, moyens notamment localisés dans sa zone inférieure et sous forme d'encoches/de rainures pratiquées dans ses parois internes. De préférence, on sélectionne la vitesse de rotation de l'appareil entre 100 et 1500 tours par minute.

L'appareil peut également être muni de moyens mécaniques fixes ou suivant sa rotation, et aptes à cisailer la mousse et à l'entraîner du haut vers le bas, vers la zone inférieure de l'appareil d'où le verre affiné est soutiré. Ces moyens sont notamment sous forme de déflecteurs percés, d'ailettes, disposées dans la zone supérieure dudit appareil.

L'invention sera ci-après détaillée à l'aide de trois modes de réalisation non limitatifs, illustrés par les figures suivantes :

□ figure 1 : une installation schématique de fusion/affinage utilisant un dispositif d'affinage statique,

❑ figure 2 : une installation schématique de fusion/affinage utilisant un dispositif d'affinage par centrifugation.

❑ figure 3 : une vue agrandie du dispositif d'affinage de l'installation selon la figure 2.

❑ figure 4 : une installation schématique de fusion/affinage utilisant un affinage par lamelles dans la chambre de fusion même,

❑ figure 5 : une vue schématique en coupe transversale d'un brûleur immergé équipant la chambre de fusion des installations des figures précédentes.

Ces figures ne sont pas nécessairement à l'échelle et pour plus de clarté sont extrêmement simplifiées.

Les dispositifs décrits ci-après sont adaptés pour fondre et affiner des verres de compositions très variées, ici des verres destinés à alimenter une installation float pour produire du verre plat. Mais cette application n'est pas limitative. Ces verres peuvent également alimenter notamment des outils de formage de verre creux ou des outils de fibrage du type dispositif par centrifugation interne.

Outre, bien sûr, tous les verres standards du type silico-sodo-calcique, différents types de verres spéciaux sont particulièrement intéressants à fabriquer avec les dispositifs selon l'invention, notamment ceux jugés jusque-là difficiles à fondre :

➡ les verres à faible taux de  $\text{Na}_2\text{O}$  et relativement fort taux d'oxyde alcalino-terreux, notamment de  $\text{CaO}$ , avantageux sur le plan économique en termes de coût de matières premières, mais assez corrosifs aux températures de fusion conventionnelles et relativement durs à fondre par des procédés classiques. Il peut s'agir des compositions de verre par exemple décrites dans le brevet FR97/08261 du 1er juillet 1997, telles que (% pondéraux) :

$\text{SiO}_2$	72-74,3%
$\text{Al}_2\text{O}_3$	0-1,6%
$\text{Na}_2\text{O}$	11,1-13,3%
$\text{K}_2\text{O}$	0-1,5%
$\text{CaO}$	7,5-10%
$\text{MgO}$	3,5-4,5%

$\text{Fe}_2\text{O}_3$  0,1-1%

ou encore de compositions du type (exprimées en pourcentages pondéraux) :

$\text{SiO}_2$  66-72, notamment 68-70%

$\text{Al}_2\text{O}_3$  0- 2%

$\text{Fe}_2\text{O}_3$  0-1%

$\text{CaO}$  15-22%

$\text{MgO}$  0-6, notamment 3-6%

$\text{Na}_2\text{O}$  4-9, notamment 5-6%

$\text{K}_2\text{O}$  0-2, notamment 0-1%

$\text{SO}_3$  traces

Un exemple illustrant cette famille de compositions est le suivant :

$\text{SiO}_2$  69%

$\text{Al}_2\text{O}_3$  1%

$\text{Fe}_2\text{O}_3$  0,1%

$\text{CaO}$  18,9%

$\text{MgO}$  5%

$\text{Na}_2\text{O}$  5,6%

$\text{K}_2\text{O}$  0,3%

$\text{SO}_3$  traces

Ce verre présente une température inférieure de recuisson appelée également " strain point " de 590°C (température à laquelle le verre a une viscosité de 1014,5 poises). Il a aussi une température de liquidus de 1225°C, une température  $T(\log 2)$  de 1431°C et une température  $T(\log 3,5)$  de 1140°C [ $T \log(2)$  et  $T \log(3,5)$  correspondent aux températures que le verre a respectivement quand il atteint en poises une viscosité de  $\log 2$  ou  $\log 3,5$ ]. Il a des propriétés de verre anti-feu résultant de son point de ramollissement élevé supérieur à 800°C et des propriétés adéquates pour une application dans les écrans plasma grâce à son " strain point " élevé.

➡ des verres à fort taux de silice, eux-aussi intéressants sur le plan économique, et avec une relativement faible densité dont le domaine de compositions, toujours exprimé en pourcentages pondéraux, est le suivant :

$\text{SiO}_2$  72 à 80%

$\text{CaO} + \text{MgO} + \text{BaO}$  0,3 à 14%

$\text{Na}_2\text{O}$	11 à 17%
oxydes alcalins	11 à 18,5%
$\text{Al}_2\text{O}_3$	0,2 à 2%
$\text{B}_2\text{O}_3$	0 à 2%
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	0 à 3%
$\text{SO}_3$	traces éventuellement
coke	0 - 600 ppm

et éventuellement des oxydes colorants oxyde de Ni, Cr, Co, ...)

(Ces verres ont la particularité d'être particulièrement visqueux).

Un exemple illustrant cette famille de compositions est le suivant :

$\text{SiO}_2$	76,4%
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	0,1%
$\text{Al}_2\text{O}_3$	0,1%
$\text{CaO}$	7,6%
$\text{MgO}$	5%
$\text{Na}_2\text{O}$	10%
$\text{K}_2\text{O}$	0,3%

Il a une densité d'environ 2,46 (à comparer aux densités de 2,52 du verre silico-sodo-calcique standard du type " Planilux " commercialisé par Saint-Gobain Vitrage).

➡ On a également vu plus haut que l'on pouvait obtenir avec le procédé selon l'invention des verres réduits, dont le fort rédox, la teneur en fer, et le faible taux de sulfate permettent l'obtention de verres de couleur résiduelle bleue.

➡ Avec le procédé selon l'invention, on peut aussi fabriquer des verres à taux nul ou quasiment nul en oxydes alcalins du type  $\text{Na}_2\text{O}$ , notamment en vue d'applications pour des vitrages anti-feu ou pour des substrats utilisés dans l'industrie électronique. On peut pour de telles compositions se reporter notamment aux brevets EP-526 272 et EP-576 362.

D'autres verres, notamment à faible taux de  $\text{MgO}$  du type de ceux décrits dans les brevets EP-688 741 et WO96/00194 peuvent également être fabriqués par le procédé de l'invention.

Un premier mode de réalisation est donc représenté à la figure 1 : un canal 1 permet à la fois d'introduire les matières vitrifiables dans la chambre

de fusion 2 par la voûte 3 et d'évacuer les fumées de combustion. Ces fumées vont préchauffer les matières vitrifiables, on récupère ainsi leur énergie thermique.

Les matières premières susceptibles d'être ainsi introduites au-dessus du bain 7 comportent notamment la silice, apte à se préchauffer sans prendre en masse. Le reste des matières premières est injecté en au moins un point 1' situé sous le niveau du bain de verre 7, notamment par une ouverture alimentée par une vis sans fin. On n'a représenté ici qu'un point d'injection, en outre disposé plutôt relativement en hauteur par rapport à la hauteur totale du bain de verre B, aux environs des 2/3 de cette hauteur et sur la paroi frontale de la chambre.

En fait, on peut prévoir plusieurs points d'injection dans les parois (parois frontales ou parois latérales) à cette même hauteur ou non, notamment soit dans la moitié supérieure, soit dans la moitié inférieure de cette hauteur B, par exemple entre le 1/3 et les 2/3 de cette hauteur. En fait, cette injection directement dans le bain de verre permet de diminuer fortement le taux d'envols (émissions de poussières solides) au-dessus du bain. En outre, selon sa configuration, elle permet de diriger les matières là où le brassage convectif est le plus fort et/ou d'en tenir compte pour que ces matières restent pendant au moins un laps de temps minimal dans la chambre 2 avant de passer dans la zone d'affinage.

La sole 4 de la chambre est équipée de rangées de brûleurs 5 qui la traversent et pénètrent dans la chambre de fusion sur une hauteur réduite. Les brûleurs 5 sont de préférence munis de moyens de refroidissement non représentés, du type boîte à eau. Les brûleurs 5 en fonctionnement développent des combustions dans des zones 6, créant à leur proximité des courants de convection au sein de la matière vitrifiable en cours de liquéfaction. Ce brassage convectif crée une mousse qui va transférer l'énergie thermique dans l'ensemble du bain 7. La fusion s'effectue de préférence vers 1350°C, par exemple pour un verre standard de la famille des verres silico-sodo-calciques.

Les parois de la chambre 2 qui sont en contact avec le bain de verre 7 sont ici en matériaux réfractaires refroidis, côté extérieur, par un système de refroidissement du type boîte à eau (non représenté). Une variante consiste à ce que ce système de refroidissement, aux parois métalliques, se trouve contre les

réfractaires mais du côté intérieur et se trouve donc en contact avec le verre fondu. Ces deux variantes permettent de ralentir l'usure des réfractaires en refroidissant superficiellement le verre à proximité des parois de réfractaires.

Le fonctionnement des brûleurs 5 a été adapté à la fusion immergée de la façon très schématiquement représentée à la figure 5. La figure 5a représente une coupe longitudinale d'un brûleur 5 et la figure 5b une coupe transversale, au niveau du plan AA' indiqué à la figure 5a de celui-ci. Le brûleur est doublé d'un système de refroidissement 60 du type boîte à eau et d'un conduit 61 central autour duquel sont disposés concentriquement une pluralité de conduits 62, tous ces conduits de section cylindrique venant déboucher dans le nez du brûleur 63.

En fonctionnement normal (fonctionnement [a]), le conduit 61 est alimenté en gaz combustible du type gaz naturel (ou autre gaz combustible ou fioul), et les conduits 62 sont alimentés en comburant, ici de l'oxygène par exemple), l'interaction  $\text{CH}_4/\text{O}_2$  créant une combustion dans le bain de verre.

En fonctionnement de sécurité (fonction [b]), c'est-à-dire quand on veut stopper la combustion au niveau du brûleur sans risque de l'enverrer complètement, on injecte via le conduit 61 et/ou via les conduits 62 de l'azote.

En fonctionnement destiné à permettre l'échange du brûleur contre un autre (fonctionnement [c]), on injecte de l'eau par le conduit 61, eau qui se vaporise instantanément dans le brûleur même ou dès la sortie du brûleur, la vapeur créant une sorte de voûte de verre refroidi au-dessus du brûleur ; on stoppe alors tout fonctionnement du brûleur et on a alors suffisamment de temps pour effectuer l'échange, avant que la " voûte " ne s'effondre. L'eau injectée est au moins partiellement recueillie dans le brûleur par les conduits 62. (on peut aussi inverser les rôles des conduits 61 et 62 dans ce mode de fonctionnement). On peut également substituer à l'eau tout autre fluide de refroidissement apte à figer ainsi le verre.

Le brûleur et ses différents modes de fonctionnement décrits plus haut sont un objet de l'invention, indépendamment de l'opération globale de fusion et d'affinage impliquée dans l'installation verrière.

Le verre mousseux fondu issu de la fusion par brûleurs immergés est ensuite soutiré en partie basse par un canal 8 muni optionnellement d'un moyen de réglage de débit du type poinçon non représenté. On peut ainsi



contrôler le débit du verre moussieux entrant dans le compartiment d'affinage statique. Ce compartiment se présente sous la forme d'un canal 9 défini par un chenal 10 et une voûte 11. Il est équipé de brûleurs à oxygène 12. Les matières vitrifiables s'écoulent dans le canal sans courant de retour, sur une hauteur H d'environ 5 à 10 cm. Cette hauteur est réglée de façon à avoir dans le canal 9 l'écoulement piston voulu, en prenant en compte les masses volumiques des matières en fusion dans la chambre de fusion 2 et dans le canal 9, ainsi que les hauteurs de bain I1 et I2 dans ces deux zones. Pour obtenir la couche mince recherchée, il est ici nécessaire de réhausser le niveau de la sole 10 du canal 9 par rapport à celui de la sole 4 de la chambre 2.

En sortie du canal 9, un barrage immergé 13 plongeant sur une profondeur réglable dans le bain de matières en fusion permet de réguler le débit en sortie ; le verre affiné se déverse en fin de canal 9 pour alimenter une installation de formage, ici l'enceinte d'un bain float par exemple. L'affinage s'opère donc sur une profondeur de verre très faible, ce qui raccourcit le trajet des bulles vers la surface, (leur vitesse d'ascension étant encore facilitée quand elles sont déjà très majoritairement d'au moins 200  $\mu\text{m}$ ), et les empêche par l'écoulement piston obtenu, à replonger en cours d'ascension dans le bain.

Les figures 2 et 3 représentent un second mode de réalisation.

La différence notable par rapport à la figure 1 réside dans la façon dont on protège les parois de réfractaires de la chambre 2. Ici, on a immergé dans le bain de verre 7 une doublure en métal réfractaire constituée d'une paroi mince en molybdène 40 épousant la forme de la cavité de la chambre de fusion et maintenue à une distance de un à quelques millimètres des parois des réfractaires, au moyen de cales appropriées et/ou en étant suspendue dans le bain de verre par les parois de réfractaires situées au-dessus du bain ou par la voûte.

Cette plaque 40 est percée d'orifices, d'abord dans sa zone horizontale venant doubler la sole 4, afin de pouvoir être traversée par les brûleurs 5, ainsi que dans toutes ses autres parois, avec une répartition homogène dans les orifices : ce perçage n'empêche donc pas le contact réfractaires/verre fondu, par contre il casse mécaniquement les mouvements de convection du verre à proximité des réfractaires, et ralentit ainsi leur usure. Les orifices 41 des parois de

la doublure 40, à l'exception de celles doublant la sole sont de préférence cylindriques et de dimensions variables, ceux de la paroi côté sole doivent au moins comprendre des orifices 42 d'une taille suffisante pour laisser passer les brûleurs 5. La doublure 40 doit aussi être largement percée (43) dans sa paroi doublant la paroi transversale aval de la chambre, pour que le verre puisse être évacué par le canal 20a. il en est de même pour la zone 1' d'introduction des matières premières : il y a nécessairement une complémentarité dans les ouvertures ménagées dans les parois en réfractaires et dans la doublure en molybdène.

Cette doublure en Mo (désignée sous le terme anglo-saxon de (" Mo lining ") est en elle-même une invention, particulièrement appropriée en association avec une chambre de fusion par brûleurs immergés, indépendamment de la façon dont peut s'opérer l'affinage ultérieur éventuel. (Il en est de même du refroidissement côté extérieur ou côté verre des réfractaires illustré à la figure précédente).

L'autre différence d'avec la figure 1 réside dans la façon dont le verre est soutiré de la chambre de fusion. Dans le cas de la figure 2, le verre est soutiré un peu plus " haut ", avec un conduit d'amenée 20 se décomposant en une première partie horizontale 20(a), une seconde partie verticale 20(b) et une troisième partie horizontale 20(c) alimentant l'appareil du centrifugeur 21. Une autre variante consiste à ce que le verre en fusion soit soutiré de la chambre de fusion en partie supérieure, par exemple à l'aide d'une gorge immergée comme cela est bien connu dans le domaine verrier.

La figure 3 se concentre sur la zone horizontale 20(c) du canal d'amenée du verre mousseux en fusion 20 soutiré de la chambre de fusion 2, qui alimente en verre le corps du centrifugeur 21 via un conduit 20'. Le centrifugeur 21 présente une partie supérieure 22 comprise entre le col 35 alimenté en verre à affiner et la plaque métallique 24, et une partie inférieure 30 se situant sous la plaque métallique 24. Peuvent être prévus des moyens non représentés destinés à contrôler le débit de verre entrant dans le centrifugeur.

Le verre descendant par le col 35 dans le centrifugeur est stoppé dans sa chute par la plaque métallique 24 qui, en associant avec la partie supérieure

de la cloison 34 décrite ci-après crée une sorte de " panier " collecteur. Le verre sous l'effet de la force centrifuge tend à remonter dans la zone 26 puis à passer au-dessus de la cloison 34 ; il s'écoule ainsi de la zone 26 à la zone 30, sous forme d'une couche mince cantonnée par la paroi interne 33 du centrifugeur 21 d'une part, et par la cloison 34 disposée dans la cavité du centrifugeur d'autre part. La paroi interne 33 est de forme sensiblement cylindrique de rayon  $R_0$ , la cloison 34 comporte une zone cylindrique 34(a) de rayon  $R_1$ , fermée en partie basse dans la zone 34(b). La cloison 34 est munie de moyens de centrage non représentés, tout comme la plaque 24. En pointillés est représenté de manière schématique le profil en forme de parabole qu'aurait le verre sous l'effet centrifuge s'il n'y avait pas la cloison 34.

La cloison 34 et la plaque 24, tout au moins pour les parties complètement immergées dans le verre, peuvent avantageusement être en molybdène.

Le garnissage extérieure de la paroi interne 33 du corps du centrifugeur 21 peut être constitué de pièces réfractaires électrofondues 32 comportant un isolant thermique 31 incorporé de façon à ce que celui-ci ne soit pas écrasé par la force centrifuge. Est également prévue une encoche, rainure 28 faisant le tour de la paroi interne de la partie 30 (ou discontinue), qui permet de piéger toutes les particules solides de densité supérieure à celle du verre, du type inclusions de réfractaires. Lors de l'affinage par centrifugation, les particules solides plus denses que le verre sont projetées contre les parois et piégées dans les rainures 28 d'où elles ne peuvent plus ressortir. Les bulles par contre viennent par action centripète éclater vers l'intérieur du corps du centrifugeur contre la cloison 34. En final, on soutire dans la partie la plus basse de la partie 30 le verre affiné par un canal par une tête de réception à forme approximativement d'entonnoir 29. En condition standard de fonctionnement, il n'est pas nécessaire de prévoir des moyens de réchauffage du verre, la vitesse de rotation peut être de l'ordre de 700 tours par minute et la hauteur  $h$  du centrifugeur de par exemple 1 à 3 mètres.

Un troisième mode de réalisation est représenté à la figure 4 qui représente une chambre de fusion 2 identique à celle de la figure 1 en plus schématique et contenant un système d'affinage en multi-couches minces. Il

s'agit donc ici d'opérer la fusion et l'affinage dans la même chambre de fusion, le verre étant soutiré en partie basse par l'orifice d'évacuation 8' vers un canal 8 pour alimenter directement des outils de formage, notamment de fibrage de laine minérale ou de formage de bouteilles, flacons (ce système d'affinage pourrait aussi être disposé dans un compartiment aval). Le principe d'un tel affinage est le suivant : on utilise des éléments tubulaires 50 en molybdène (ou platine) dont la section rectangulaire est représentée en figure 4d . Ces tubes sont cloisonnés longitudinalement par des parois 51, ce qui forme des « lamelles » 52 de faible épaisseur ouvertes aux extrémités du tube (par exemple 5 à 30 lamelles). On immerge ces tubes 50 dans le bain des matières vitrifiables en cours de fusion (ci-après désigné par le terme de « bain de verre ») comme représenté aux figures 4a (vue en coupe longitudinale de la chambre de fusion ) et 4b (vue en élévation de ladite chambre). Les deux tubes 50 sont accolés aux parois latérales de la chambre, par exemple fixés aux parois en reposant sur des rampes de matériau réfractaire, de façon à être inclinés d'un angle  $\alpha$  par rapport au plan de la sole 4, ou encore selon des axes Y convergeant avec l'axe longitudinal X du four dudit angle  $\alpha$ .

Ces deux tubes 50 sont ainsi disposés car ils peuvent être facilement fixés aux parois de four et qu'ils sont à une distance significative des brûleurs. Cette configuration permet de protéger le molybdène du chauffage intense régnant à proximité des brûleurs. De même, il est préférable que ces tubes soient totalement immergés pour éviter leur oxydation à l'air, l'alternative étant sinon d'assurer une atmosphère non oxydante au-dessus du bain de verre (notamment une atmosphère de  $N_2$ ). Les deux tubes 50 débouchent dans un tube collecteur 55 qui vient alimenter l'orifice d'évacuation 8 de la chambre.

L'affinage s'effectue de la façon suivante : le verre à affiner entre dans la section des tubes 50 en partie haute 53, puis s'écoule dans les lamelles 52 par un trajet descendant par simple gravité, comme représenté à la figure 4c montrant une lamelle-type 52. La vitesse du verre dans ces lamelles 52 est maximale au centre des lamelles et beaucoup plus faible au niveau des parois 53, 53' qui les cantonnent. Les bulles 60 quant à elles, par ascension, atteignant très vite la paroi supérieure 53 de la lamelle 52, se séparant ainsi du

flux de verre descendant représenté par la flèche en figure 4c. Elles se dirigent, toujours, par ascension, vers l'entrée 66 du tube 50, à contrecourant du flux de verre, tandis que le verre débarrassé des bulles arrive en partie basse 56 de ladite lamelle 52 et est directement évacué via le collecteur 55 hors de la chambre de fusion.

Le système est d'autant plus efficace que la hauteur  $h$  de chaque lamelle 52 est petite et que leur surface est grande. Il est particulièrement approprié dans le cadre d'une fusion par brûleurs immergés qui tend à générer des bulles de diamètre relativement élevé, et qui peuvent donc être rapidement éliminées. On peut calculer le nombre, la hauteur, la surface active de ces lamelles en fonction de la taille des bulles à éliminer, du tirage de la chambre de fusion, de la viscosité du verre, notamment en choisissant également de façon appropriée leur longueur et angle d'inclinaison en fonction de la longueur de la chambre de fusion (ou du compartiment aval où elles sont disposées). A titre d'exemple, pour une chambre de fusion fabriquant 200 tonnes de verre par jour, pour éliminer toutes les bulles de diamètre supérieur à 250 microns, les tubes 50 peuvent être de dimensions  $400 \times 520 \times 6550 \text{ mm}^3$  et contenir 20 lamelles chacun, pour une longueur de four de l'ordre de 6000 mm.

Une variante de ce mode de réalisation consiste à disposer des éléments à lamelles similaires dans un compartiment aval.

Dans tous les cas (affineur statique ou centrifuge), on voit qu'on peut compacter considérablement la taille des dispositifs de fusion/affinage disponibles actuellement. On a aussi intérêt à ajouter aux matières vitrifiables des agents d'aide à l'affinage dont le rôle a été décrit plus haut, notamment du coke à faible granulométrie, du sulfate, du nitrate, du fluor ou du chlore.

(Aussi bien pour le compartiment de fusion que pour le compartiment d'affinage on peut remplacer le molybdène par le platine).

Il est important de souligner que, même si la combinaison d'une fusion par brûleurs immergés avec un affinage en couche mince est extrêmement avantageuse, l'invention porte aussi sur ces deux aspects pris séparément. On peut ainsi avec avantage utiliser le mode de fusion par brûleurs immergés avec un affinage standard, et réciproquement utiliser un affinage en couche mince suivant une fusion par des moyens de chauffage conventionnels, tout en

restant dans le cadre de l'invention, même si l'on n'obtient plus alors la synergie soulignée plus haut.

A noter également que l'on peut utiliser avantageusement le mode de fusion par brûleurs immergés sans plus avoir du tout recours à un affinage au sens habituel du terme. Cela peut être le cas dans le domaine du fibrage, où l'on peut envisager d'alimenter les machines de fibrage par centrifugation interne directement en verre mousseux obtenu par fusion par brûleurs immergés, la centrifugation imposée par cette technique de fibrage réalisant de facto l'affinage du verre. On peut aussi envisager de flotter, laminier ou mettre en forme directement le verre mousseux issu de la fusion, en vue de fabriquer du verre-mousse utilisé comme isolant dans le domaine du bâtiment par exemple.

On peut aussi appliquer ce mode de fusion pour recycler des produits composites verre/métal ou verre/plastique, comme mentionné plus haut, soit pour produire du verre utilisable, soit pour produire du calcin pour alimenter un four verrier traditionnel, (selon, notamment, la proportion de ces produits composite par rapport au reste des matières vitrifiables plus traditionnelles).

**REVENDECATIONS**

1. Procédé de fusion et d'affinage de matières vitrifiables, ***caractérisé en ce que*** tout ou partie de l'énergie thermique nécessaire à la fusion desdites matières vitrifiables est apportée par la combustion de combustible(s) fossile(s) avec au moins un gaz comburant, le(s)dit(s) combustible/gaz ou les produits gazeux issus de la combustion étant injectés sous le niveau de la masse des matières vitrifiables (7) et en ce que l'affinage des matières vitrifiables après fusion se fait au moins en partie sous forme de " couche mince ".

2. Procédé selon la revendication 1, ***caractérisé en ce que*** le comburant est à base d'air, d'air enrichi en oxygène ou d'oxygène.

3. Procédé selon l'une des revendications précédentes, ***caractérisé en ce que*** la fusion des matières vitrifiables s'effectue dans au moins une chambre de fusion (2) que l'on équipe de brûleurs (5) traversant ses parois latérales et/ou traversant la sole (4) et/ou suspendus à partir de la voûte (3) ou de superstructures de façon à ce que leurs combustions (6) ou gaz de combustion se développent dans la masse des matières vitrifiables en cours de fusion (7).

4. Procédé selon l'une des revendications précédentes, ***caractérisé en ce que*** les combustions (6) créées par la combustion de combustible fossile avec le(s) gaz comburant(s) et/ou les gaz issus de ladite combustion assurent par convection le brassage des matières vitrifiables (7).

5. Procédé selon la revendication 3 ou la revendication 4, ***caractérisé en ce qu'on*** règle la hauteur de la masse des matières vitrifiables (7) dans la chambre de fusion (2) et la hauteur sur laquelle se développent les combustions (6)/gaz issus de la combustion pour que lesdits combustibles/gaz de combustion restent dans la masse desdites matières vitrifiables.

6. Procédé selon l'une des revendications précédentes, ***caractérisé en ce que*** la fusion est précédée d'une étape de préchauffage des matières vitrifiables à au plus 900°C.

7. Procédé selon l'une des revendications précédentes, ***caractérisé en ce que*** les matières vitrifiables comprennent des matières premières et/ou du calcin et/ou des déchets vitrifiables et/ou des éléments combustibles, notamment des composites verre-plastique, des composites verre-métal, des matériaux organiques, du charbon.

8. Procédé selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** l'affinage est opéré sur les matières vitrifiables en fusion du type verre à l'état mousseux, présentant notamment une masse volumique d'environ 0,5 à 2 g/cm<sup>3</sup>.

9. Procédé selon la revendication 8, **caractérisé en ce que** l'affinage est opéré sur des matières vitrifiables en fusion du type verre à l'état mousseux, présentant une majorité de bulles d'au moins 100 ou même d'au moins 200  $\mu$ m de diamètre.

10. Procédé selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** les matières vitrifiables contiennent des additifs d'aide à l'affinage, notamment des additifs réducteurs du type coke, de préférence de granulométrie moyenne inférieure à 200  $\mu$ m, des sulfates, ou des additifs à base de fluor, ou de chlore ou de nitrates du type NaNO<sub>3</sub>.

11. Procédé selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** la fusion s'opère à au plus 1400°C, notamment au plus 1380 ou 1350°C et l'affinage à au plus 1500°C.

12. Procédé selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** l'affinage est opéré dans au moins un compartiment statique situé en aval de la chambre de fusion (2), du type canal d'écoulement (9) et muni de moyen(s) pour contraindre les matières vitrifiables en fusion à s'affiner en couche mince, notamment sur une profondeur d'au plus 15 cm, de préférence d'au plus 10 cm, avec un écoulement de type écoulement piston.

13. Procédé selon la revendication 12, **caractérisé en ce que** le(s)dit(s) moyen(s) évitent la formation d'un courant de verre de retour dans la masse des matières vitrifiables en fusion s'écoulant dans le(s)dit(s) compartiments (9).

14. Procédé selon l'une des revendications 1 à 11, caractérisé en ce que l'affinage est opéré dans la chambre de fusion même (2) ou dans au moins un compartiment situé en aval de celle-ci, en imposant aux matières vitrifiables en fusion un trajet descendant par gravité entre au moins deux parois (53, 53') voisines, essentiellement parallèles entre elles, au moins partiellement immergées dans la masse des matières vitrifiables en fusion et inclinées par



rapport au plan de la sole de ladite chambre de fusion ou dudit compartiment aval.

15. Procédé selon la revendication 14, caractérisé en ce que lesdites parois sont intégrées dans au moins un tube (50) de section approximativement rectangulaire cloisonné longitudinalement.

16. Procédé selon l'une des revendications 1 à 11, **caractérisé en ce que** l'affinage est opéré dans au moins un compartiment (21) situé en aval de la chambre de fusion (2) et susceptible d'être mis en rotation pour assurer un affinage par centrifugation, compartiment muni de moyen(s) pour contraindre les matières vitrifiables en fusion à s'affiner en couche mince, sur une " épaisseur "  $R1/R0$  d'au moins 0,8, ou sur une épaisseur absolue d'au plus 10 cm.

17. procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'on introduit tout ou partie des matières vitrifiables dans la chambre de fusion (2) sous le niveau de la masse des matières vitrifiables en cours de fusion.

18. Dispositif de fusion et d'affinage de matières vitrifiables, notamment destiné à mettre en oeuvre le procédé selon l'une des revendications précédentes, **caractérisé en ce qu'il** comporte :

- ➡ au moins une chambre de fusion (2) équipée de brûleurs (5) alimentés en combustible(s) fossile(s) du type gaz naturel et en comburant(s) du type air ou oxygène, lesdits brûleurs étant disposés de façon à injecter lesdits combustibles/gaz ou gaz issus de leur combustion sous le niveau de la masse (7) des matières vitrifiables introduites dans ladite chambre de fusion,
- ➡ des moyens pour affiner les matières vitrifiables en fusion sous forme de " couche mince ", compris dans la chambre de fusion (2) même ou dans au moins un compartiment d'affinage (9, 21) en aval de ladite chambre.

19. Dispositif selon la revendication 18, **caractérisé en ce que** le(s) compartiment(s) d'affinage (9) est (sont) statique(s) et comporte(nt) un canal d'écoulement comprenant un chenal (10) et une voûte (11), le(s) moyen(s) pour contraindre les matières vitrifiables en fusion à s'affiner dans ledit canal en couche mince, avec un écoulement de type écoulement piston, notamment sur une profondeur inférieure à 15 cm, étant au moins la sélection du rapport

de la hauteur moyenne sur la largeur moyenne dudit canal, rapport inférieur à 1 et notamment inférieur à 0,5.

20. Dispositif selon la revendication 18 ou 19, **caractérisé en ce que** le(s) compartiment(s) d'affinage est (sont) statique(s) et comporte(nt) un canal d'écoulement comprenant un chenal (10) et une voûte (11), le(s) moyen(s) pour contraindre les matières vitrifiables en fusion à s'affiner dans ledit canal en couche mince, notamment sur une profondeur inférieure à 15 cm, étant au moins des moyen(s) de réglage/régulation du débit des matières vitrifiables en fusion à l'entrée et/ou à la sortie du compartiment d'affinage (9).

21. Dispositif selon l'une des revendications 18 à 20, **caractérisé en ce que** le canal d'écoulement (9) est équipé de moyens de chauffage, notamment du type brûleurs à oxygène (13) au-dessus des matières vitrifiables en fusion.

22. Dispositif selon l'une des revendications 18 à 21, **caractérisé en ce que** le canal d'écoulement est muni de moyens d'homogénéisation des matières vitrifiables.

23. Dispositif selon la revendication 18, **caractérisé en ce que** la chambre de fusion (2), ou un compartiment d'affinage en aval de celle-ci, comprend au moins un moyen structural d'affinage en couche mince sous forme d'au moins deux parois voisines (53, 53'), sensiblement parallèles entre elles, destinées à être immergées au moins partiellement dans la masse des matières vitrifiables en fusion et inclinées par rapport à la sole de ladite chambre ou dudit compartiment.

24. Dispositif selon la revendication 23, **caractérisé en ce que** ces parois sont intégrées dans au moins un élément tubulaire (50), notamment de section approximativement rectangulaire, cloisonné longitudinalement.

25. Dispositif selon la revendication 24, **caractérisé en ce que** ce ou ces éléments tubulaires (50) sont dans la chambre de fusion (2) et débouchent dans l'ouverture d'évacuation aval (8) de ladite chambre.

26. Dispositif selon la revendication 18, **caractérisé en ce que** le compartiment d'affinage comporte au moins un appareil (21) susceptible d'être mis en rotation pour assurer l'affinage par centrifugation, les parois internes (33) dudit appareil délimitant sensiblement une cavité sous la forme d'un cylindre creux, vertical dans sa partie médiane.

27. Dispositif selon la revendication 26, **caractérisé en ce que** l'appareil (21) susceptible d'être mis en rotation est muni dans la cavité de cloisons (34) sur au moins une partie de sa hauteur, contraignant les matières vitrifiables en fusion à s'écouler entre les parois internes (33) de l'appareil et lesdites cloisons (34), la distance moyenne parois/cloisons définissant " l'épaisseur " de la couche mince.

28. Dispositif selon la revendication 27, **caractérisé en ce que** la distance moyenne parois/cloisons se définit par un rapport de leurs rayons  $R1/R0$  d'au moins 0,8.

29. Dispositif selon l'une des revendications 26 à 28, **caractérisé en ce que** les parois de l'appareil sont garnies de pièces réfractaires (32) de type électrofondu comportant un isolant thermique (31) incorporé de façon à éviter l'écrasement par la force centrifuge.

30. Dispositif selon l'une des revendications 26 à 29, **caractérisé en ce que** l'appareil (21) est muni de moyen(s) de piégeage de particules solides, notamment localisés dans sa zone inférieure (23) et sous forme d'encoches/de rainures (28) pratiquées dans ses parois internes (33).

31. Dispositif selon l'une des revendications 18 à 30, **caractérisé en ce que** la chambre de fusion (2) est équipée d'au moins un moyen d'introduction de matières vitrifiables sous le niveau de la masse des matières vitrifiables en cours de fusion, notamment au moins deux, de préférence sous la forme d'ouverture(s) associé(s) à un moyen d'amenée du type vis sans fin.

32. Dispositif selon l'une des revendications 18 à 31, **caractérisé en ce que** les parois de la chambre de fusion (2), notamment celles destinées à être en contact avec la masse des matières vitrifiables en cours de fusion, sont à base de matériaux réfractaires associés à un système de refroidissement par fluide du type eau.

33. Dispositif selon l'une des revendications 18 à 32, **caractérisé en ce que** les parois de la chambre de fusion (2), notamment celles destinées à être en contact avec la masse des matières vitrifiables en cours de fusion, sont à base de matériaux réfractaires doublés d'un garnissage de métal (40) du type molybdène.

34. Dispositif selon la revendication 33, **caractérisé en ce que** ledit garnissage (40) est maintenu à distance des parois constituées par les matériaux réfractaires.

35. Dispositif selon la revendication 33 ou 34, **caractérisé en ce que** ledit garnissage constitue une surface de contact avec les matières en fusion qui est continue ou percée d'orifices (41).

36. Dispositif selon l'une des revendications 18 à 35, **caractérisé en ce qu'au** moins une partie des brûleurs (5) de la chambre de fusion (2) est conçu de façon à pouvoir aussi injecter dans la masse des matières vitrifiables un fluide ne participant pas à la combustion, en substitution au comburant et/ou au combustible, notamment un gaz inerte du type  $N_2$  et/ou un fluide de refroidissement du type eau.

37. Application du procédé selon l'une des revendications 1 à 18 ou du dispositif selon l'une des revendications 19 à 36 à la fabrication de verre plat, notamment à couleur résiduelle bleue, à fonction anti-solaire, anti-feu, pour l'industrie électronique, à la fabrication de verre creux de type bouteilles, flacons, à la fabrication de laine de verre ou de fils de verre de renforcement.

FIG.1

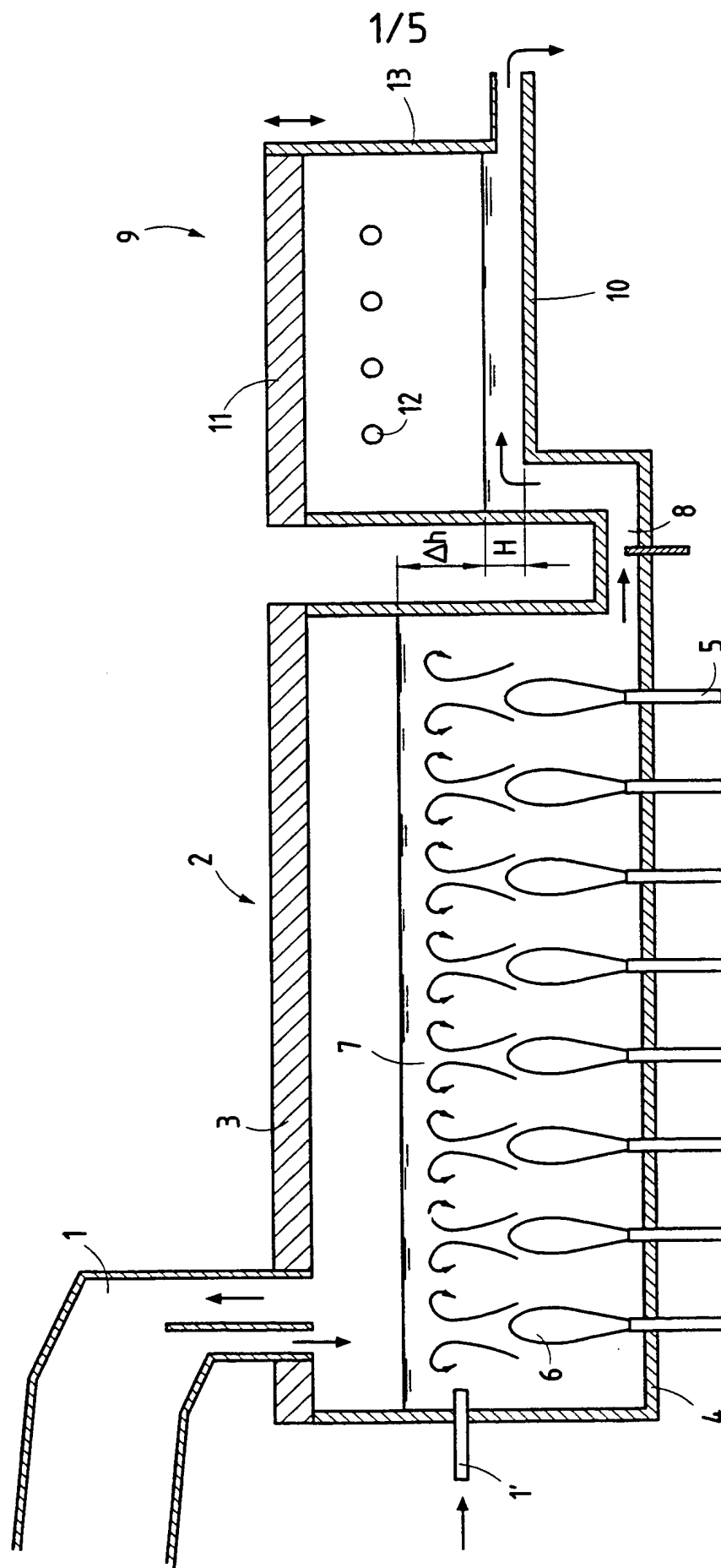
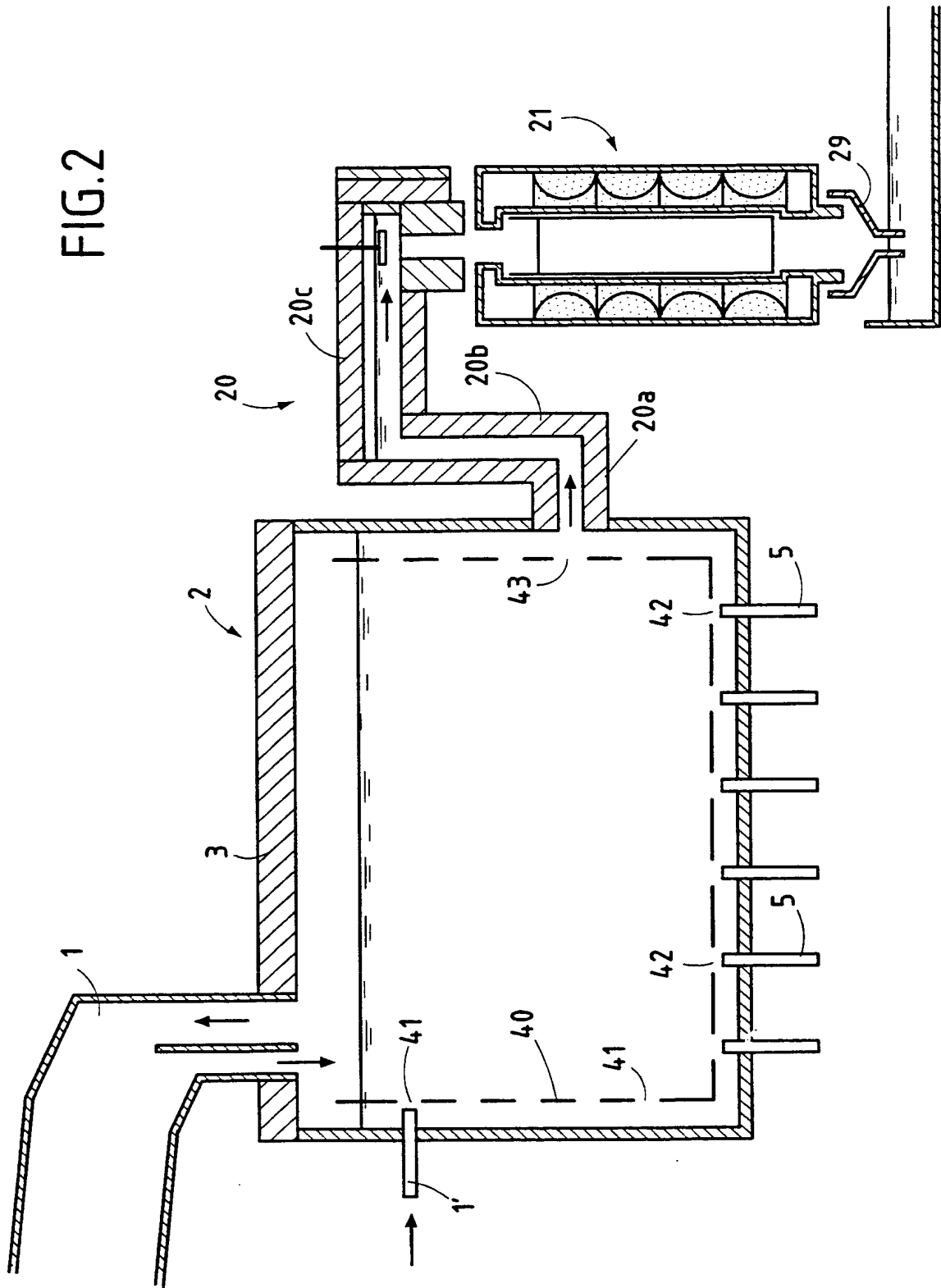




FIG.2







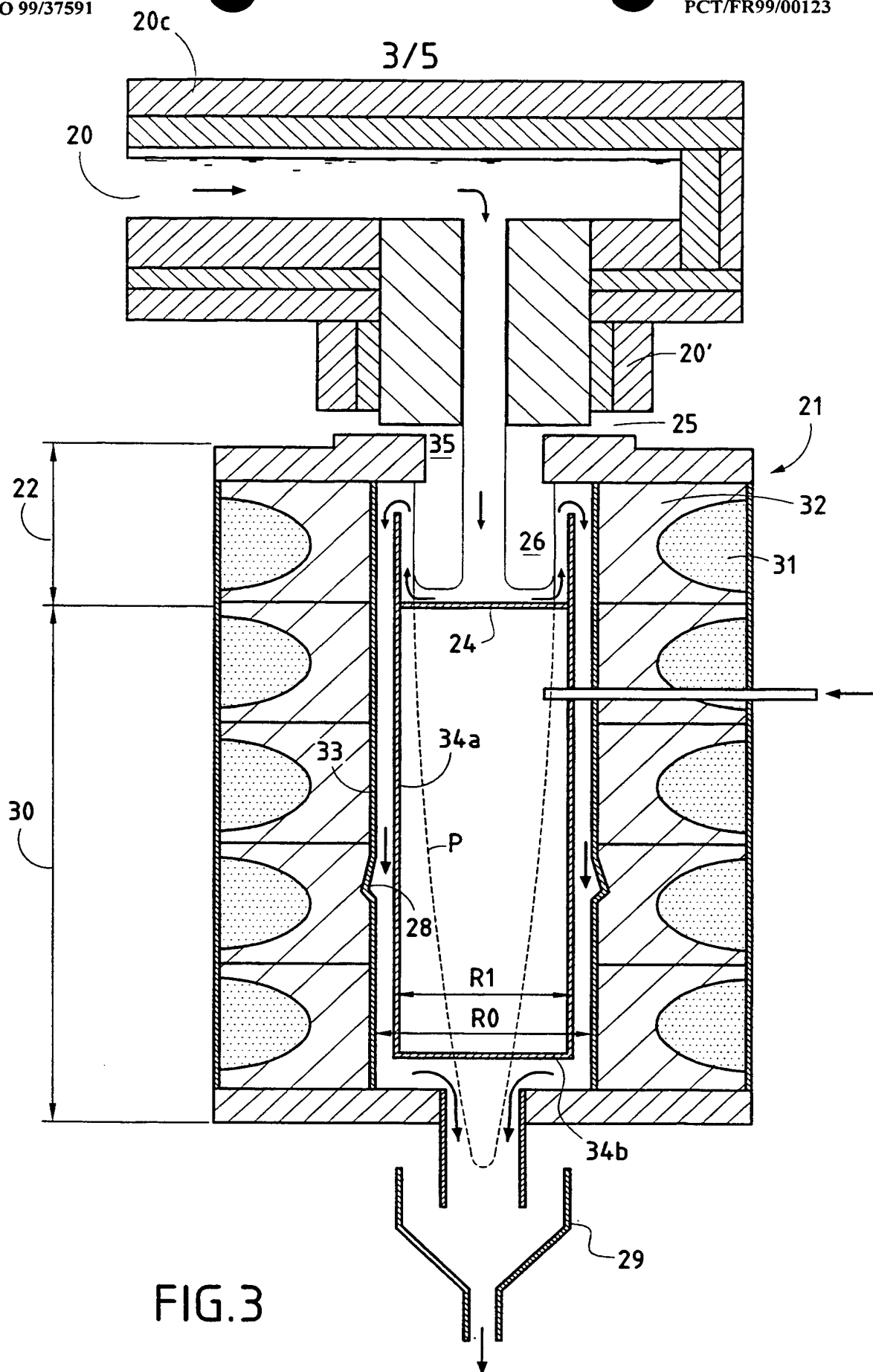


FIG.3



4/5

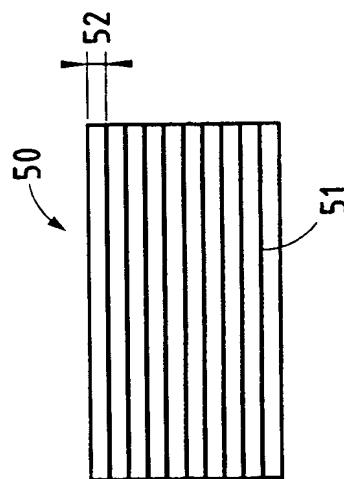
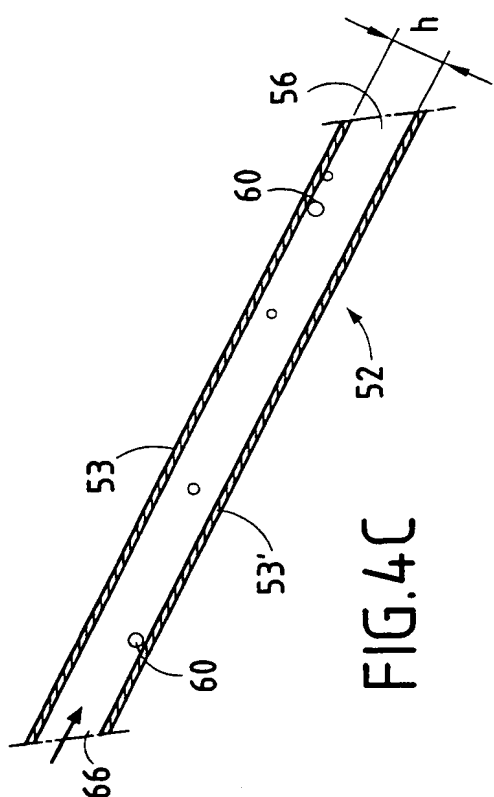
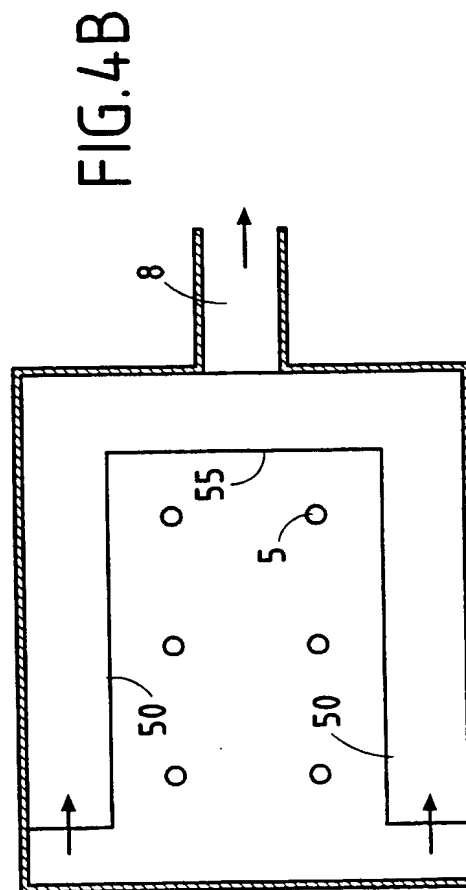
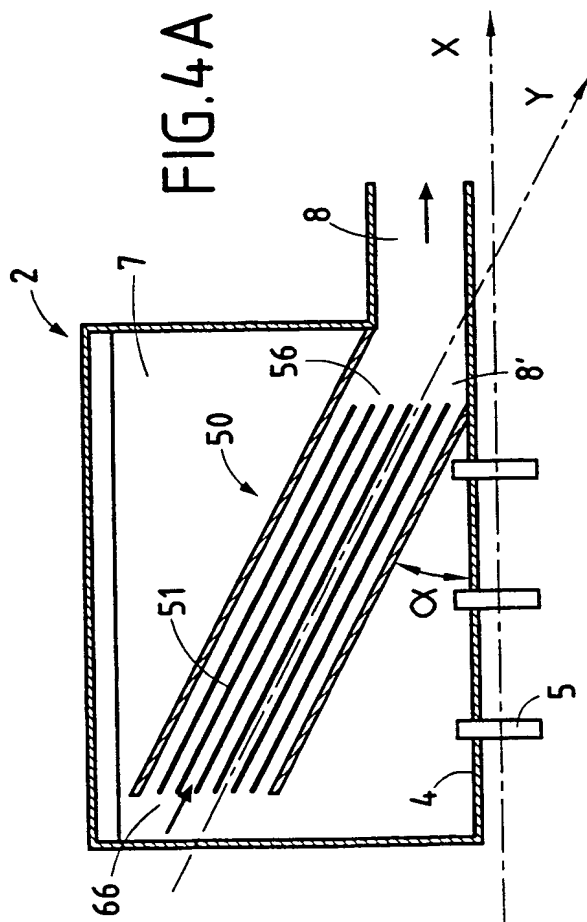


FIG. 4



1

2

3

4

5

6

7

8

5/5

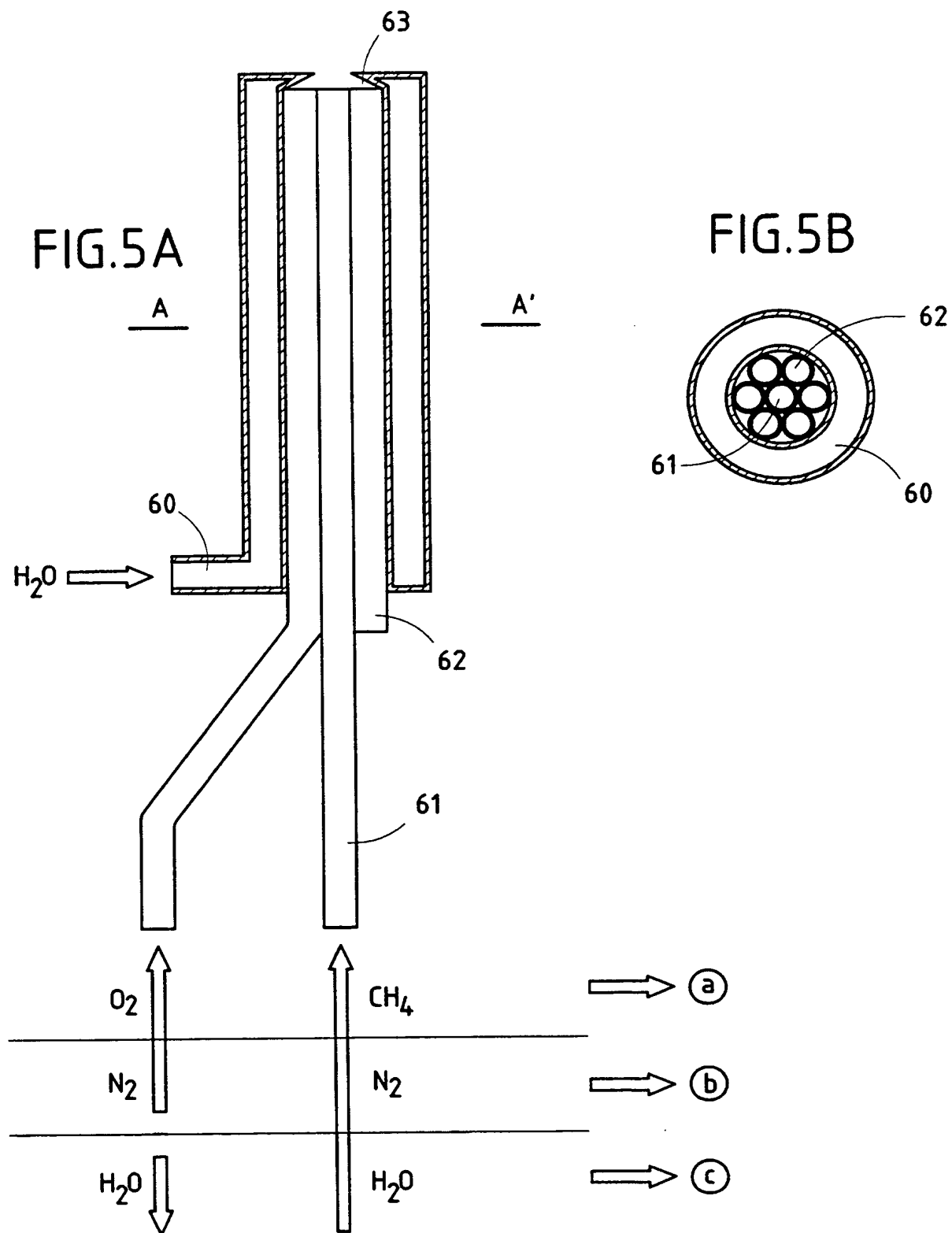


FIG. 5



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/FR 99/00123

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**  
IPC 6 C03B5/235 C03B5/225

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

**B. FIELDS SEARCHED**

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
IPC 6 C03B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

**C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	M.I.KOZ'MIN ET AL.: "An experimental furnace with gas combustion in the melt and thin-layer fining" GLASS AND CERAMICS., vol. 31, no. 9/10, 1975, pages 623-625, XP002099792 NEW YORK US	1-13, 18-20, 22,37
Y	see the whole document	2,12,14, 16, 19-21, 23,26
Y	US 3 606 825 A (A.L.JOHNSON) 21 September 1971	2,21
A	see claims 1-5	1,18
	--- -/-- ---	

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

\* Special categories of cited documents :

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

14 April 1999

Date of mailing of the international search report

27/04/1999

Name and mailing address of the ISA  
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Stroud, J

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/FR 99/00123

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 4 545 800 A (K.J.WON ET AL.) 8 October 1985 see column 4, line 3 - line 6; claims 1,4-7; figure 1 ----	1,2,18, 21
Y	US 3 938 981 A (D.F.ST.JOHN) 17 February 1976 see claims 1-3; figures 1-4 ----	14,23,26
A	FR 2 150 878 A (OWENS-ILLINOIS, INC.) 13 April 1973 see figures 1,3; example I ----	1,18
Y	DE 197 10 351 C (BET. SORG GMBH & CO KG) 20 May 1998 see column 6, line 19 - line 21; figures 1,3 ----	16,26
A	US 3 261 677 A (E.PLUMAT) 19 July 1966 see column 2, line 48 - line 60; figure 1 ----	1,18
P,Y	EP 0 317 551 A (SORG GMBH & CO.KG) 24 May 1989 see claims 1,6; figure 1 ----	12,19,20
A	DD 160 186 A (VEB K BEHÄLTER ET AL.) 11 May 1983 see the whole document ----	1,18,22
A	US 3 764 287 A (G.D.BROCIIOUS) 9 October 1973 see claims 1,3; figure 1 -----	1,18



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/FR 99/00123

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 3606825	A	11-05-1971	NONE	
US 4545800	A	08-10-1985	AT 43562 T AU 558646 B AU 4318785 A BR 8503434 A CA 1211629 A DK 327185 A EG 17145 A EP 0171637 A FI 852819 A,B, IN 164105 A JP 1621355 C JP 2035695 B JP 61036124 A MX 165847 B PT 80819 A,B TR 22614 A	15-06-1989 05-02-1987 23-01-1986 15-04-1986 23-09-1986 20-01-1986 30-11-1991 19-02-1986 20-01-1986 14-01-1989 09-10-1991 13-08-1990 20-02-1986 07-12-1992 01-08-1985 01-01-1988
US 3938981	A	17-02-1976	NONE	
FR 2150878	A	13-04-1973	AU 455238 B AU 4561672 A BE 787989 A CA 992320 A CH 545255 A DD 101652 A DE 2241701 A GB 1389881 A JP 48032114 A NL 7211550 A ZA 7205630 A	21-11-1974 21-02-1974 26-02-1973 06-07-1976 31-01-1974 12-11-1973 15-03-1973 09-04-1975 27-04-1973 01-03-1973 30-05-1973
DE 19710351	C	20-05-1998	EP 0864543 A	16-09-1998
US 3261677	A	19-07-1966	NONE	
EP 0317551	A	24-05-1989	DE 3718276 A AT 77354 T AT 75706 T AU 603194 B AU 1339588 A BG 49381 A CA 1335535 A CN 1021039 B DD 272290 A DE 3870817 D DE 3872056 D EP 0293545 A FI 882530 A,B, FI 922091 A,B HK 14093 A IN 171025 A JP 1706807 C JP 3075492 B JP 63310734 A JP 1785931 C JP 3183624 A	08-12-1988 15-07-1992 15-05-1992 08-11-1990 01-12-1988 15-10-1991 16-05-1995 02-06-1993 04-10-1989 11-06-1992 23-07-1992 07-12-1988 01-12-1988 08-05-1992 26-02-1993 04-07-1992 27-10-1992 02-12-1991 19-12-1988 31-08-1993 09-08-1991

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/FR 99/00123

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 0317551 A		JP 4076931 B	07-12-1992
		LT 1465 A,B	25-05-1995
		LT 1833 A,B	25-08-1995
		LV 11169 A,B	20-04-1996
		LV 11168 A,B	20-04-1996
		PT 87600 A,B	01-06-1988
		SK 180188 A	07-12-1994
		SU 1836303 A	23-08-1993
		RU 2013383 C	30-05-1994
		TR 25215 A	01-01-1993
		US 4882736 A	21-11-1989
		US 4932035 A	05-06-1990
		ZA 8802900 A	27-10-1988
DD 160186 A	11-05-1983	NONE	
US 3764287 A	09-10-1973	NONE	

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

De. Le Internationale No

PCT/FR 99/00123

**A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE**  
CIB 6 C03B5/235 C03B5/225

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

**B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE**

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 6 C03B

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

**C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS**

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	M.I.KOZ'MIN ET AL.: "An experimental furnace with gas combustion in the melt and thin-layer fining" GLASS AND CERAMICS., vol. 31, no. 9/10, 1975, pages 623-625, XP002099792 NEW YORK US	1-13, 18-20, 22,37
Y	voir le document en entier	2,12,14, 16, 19-21, 23,26
Y	US 3 606 825 A (A.L. JOHNSON) 21 septembre 1971	2,21
A	voir revendications 1-5	1,18
	--- -/-- ---	

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

\* Catégories spéciales de documents cités:

"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent

"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date

"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)

"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens

"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

"Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

"&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

14 avril 1999

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

27/04/1999

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale  
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Stroud, J

## C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	US 4 545 800 A (K.J.WON ET AL.) 8 octobre 1985 voir colonne 4, ligne 3 - ligne 6; revendications 1,4-7; figure 1 ---	1,2,18, 21
Y	US 3 938 981 A (D.F.ST.JOHN) 17 février 1976	14,23,26
A	voir revendications 1-3; figures 1-4 ---	1,18
Y	FR 2 150 878 A (OWENS-ILLINOIS, INC.) 13 avril 1973	16,26
A	voir figures 1,3; exemple I ---	1,18
P,Y	DE 197 10 351 C (BET. SORG GMBH & CO KG) 20 mai 1998 voir colonne 6, ligne 19 - ligne 21; figures 1,3 ---	12,19,20
A	US 3 261 677 A (E.PLUMAT) 19 juillet 1966 voir colonne 2, ligne 48 - ligne 60; figure 1 ---	1,18,22
A	EP 0 317 551 A (SORG GMBH & CO.KG) 24 mai 1989 voir revendications 1,6; figure 1 ---	1,18
A	DD 160 186 A (VEB K BEHÄLTER ET AL.) 11 mai 1983 voir le document en entier ---	1,18
A	US 3 764 287 A (G.D.BROCIOUS) 9 octobre 1973 voir revendications 1,3; figure 1 -----	1,18

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

De. le Internationale No

PCT/FR 99/00123

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 3606825 A	11-05-1971	AUCUN	
US 4545800 A	08-10-1985	AT 43562 T AU 558646 B AU 4318785 A BR 8503434 A CA 1211629 A DK 327185 A EG 17145 A EP 0171637 A FI 852819 A,B, IN 164105 A JP 1621355 C JP 2035695 B JP 61036124 A MX 165847 B PT 80819 A,B TR 22614 A	15-06-1989 05-02-1987 23-01-1986 15-04-1986 23-09-1986 20-01-1986 30-11-1991 19-02-1986 20-01-1986 14-01-1989 09-10-1991 13-08-1990 20-02-1986 07-12-1992 01-08-1985 01-01-1988
US 3938981 A	17-02-1976	AUCUN	
FR 2150878 A	13-04-1973	AU 455238 B AU 4561672 A BE 787989 A CA 992320 A CH 545255 A DD 101652 A DE 2241701 A GB 1389881 A JP 48032114 A NL 7211550 A ZA 7205630 A	21-11-1974 21-02-1974 26-02-1973 06-07-1976 31-01-1974 12-11-1973 15-03-1973 09-04-1975 27-04-1973 01-03-1973 30-05-1973
DE 19710351 C	20-05-1998	EP 0864543 A	16-09-1998
US 3261677 A	19-07-1966	AUCUN	
EP 0317551 A	24-05-1989	DE 3718276 A AT 77354 T AT 75706 T AU 603194 B AU 1339588 A BG 49381 A CA 1335535 A CN 1021039 B DD 272290 A DE 3870817 D DE 3872056 D EP 0293545 A FI 882530 A,B, FI 922091 A,B HK 14093 A IN 171025 A JP 1706807 C JP 3075492 B JP 63310734 A JP 1785931 C JP 3183624 A	08-12-1988 15-07-1992 15-05-1992 08-11-1990 01-12-1988 15-10-1991 16-05-1995 02-06-1993 04-10-1989 11-06-1992 23-07-1992 07-12-1988 01-12-1988 08-05-1992 26-02-1993 04-07-1992 27-10-1992 02-12-1991 19-12-1988 31-08-1993 09-08-1991

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Der. e Internationale No

PCT/FR 99/00123

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP 0317551 A		JP 4076931 B	07-12-1992
		LT 1465 A,B	25-05-1995
		LT 1833 A,B	25-08-1995
		LV 11169 A,B	20-04-1996
		LV 11168 A,B	20-04-1996
		PT 87600 A,B	01-06-1988
		SK 180188 A	07-12-1994
		SU 1836303 A	23-08-1993
		RU 2013383 C	30-05-1994
		TR 25215 A	01-01-1993
		US 4882736 A	21-11-1989
		US 4932035 A	05-06-1990
		ZA 8802900 A	27-10-1988
DD 160186 A	11-05-1983	AUCUN	
US 3764287 A	09-10-1973	AUCUN	

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/FR 99/00123

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**  
IPC 6 C03B5/235 C03B5/225

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

**B. FIELDS SEARCHED**

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
IPC 6 C03B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

**C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	M.I.KOZ'MIN ET AL.: "An experimental furnace with gas combustion in the melt and thin-layer fining" GLASS AND CERAMICS., vol. 31, no. 9/10, 1975, pages 623-625, XP002099792 NEW YORK US	1-13, 18-20, 22,37
Y	see the whole document	2, 12, 14, 16, 19-21, 23, 26
Y	US 3 606 825 A (A.L. JOHNSON) 21 September 1971	2, 21
A	see claims 1-5	1, 18

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

\* Special categories of cited documents:

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

14 April 1999

Date of mailing of the international search report

27/04/1999

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Stroud, J

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.

PCT/FR 99/00123

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 4 545 800 A (K.J.WON ET AL.) 8 October 1985 see column 4, line 3 - line 6; claims 1,4-7; figure 1 ---	1,2,18, 21
Y	US 3 938 981 A (D.F.ST.JOHN) 17 February 1976 ---	14,23,26
A	see claims 1-3; figures 1-4 ---	1,18
Y	FR 2 150 878 A (OWENS-ILLINOIS, INC.) 13 April 1973 ---	16,26
A	see figures 1,3; example I ---	1,18
P,Y	DE 197 10 351 C (BET. SORG GMBH & CO KG) 20 May 1998 see column 6, line 19 - line 21; figures 1,3 ---	12,19,20
A	US 3 261 677 A (E.PLUMAT) 19 July 1966 see column 2, line 48 - line 60; figure 1 ---	1,18,22
A	EP 0 317 551 A (SORG GMBH & CO.KG) 24 May 1989 see claims 1,6; figure 1 ---	1,18
A	DD 160 186 A (VEB K BEHÄLTER ET AL.) 11 May 1983 see the whole document ---	1,18
A	US 3 764 287 A (G.D.BROCIOUS) 9 October 1973 see claims 1.3; figure 1 -----	1,18



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/FR 99/00123

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 3606825	A	11-05-1971	NONE	
US 4545800	A	08-10-1985	AT 43562 T AU 558646 B AU 4318785 A BR 8503434 A CA 1211629 A DK 327185 A EG 17145 A EP 0171637 A FI 852819 A,B, IN 164105 A JP 1621355 C JP 2035695 B JP 61036124 A MX 165847 B PT 80819 A,B TR 22614 A	15-06-1989 05-02-1987 23-01-1986 15-04-1986 23-09-1986 20-01-1986 30-11-1991 19-02-1986 20-01-1986 14-01-1989 09-10-1991 13-08-1990 20-02-1986 07-12-1992 01-08-1985 01-01-1988
US 3938981	A	17-02-1976	NONE	
FR 2150878	A	13-04-1973	AU 455238 B AU 4561672 A BE 787989 A CA 992320 A CH 545255 A DD 101652 A DE 2241701 A GB 1389881 A JP 48032114 A NL 7211550 A ZA 7205630 A	21-11-1974 21-02-1974 26-02-1973 06-07-1976 31-01-1974 12-11-1973 15-03-1973 09-04-1975 27-04-1973 01-03-1973 30-05-1973
DE 19710351	C	20-05-1998	EP 0864543 A	16-09-1998
US 3261677	A	19-07-1966	NONE	
EP 0317551	A	24-05-1989	DE 3718276 A AT 77354 T AT 75706 T AU 603194 B AU 1339588 A BG 49381 A CA 1335535 A CN 1021039 B DD 272290 A DE 3870817 D DE 3872056 D EP 0293545 A FI 882530 A,B, FI 922091 A,B HK 14093 A IN 171025 A JP 1706807 C JP 3075492 B JP 63310734 A JP 1785931 C JP 3183624 A	08-12-1988 15-07-1992 15-05-1992 08-11-1990 01-12-1988 15-10-1991 16-05-1995 02-06-1993 04-10-1989 11-06-1992 23-07-1992 07-12-1988 01-12-1988 08-05-1992 26-02-1993 04-07-1992 27-10-1992 02-12-1991 19-12-1988 31-08-1993 09-08-1991

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/FR 99/00123

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 0317551 A		JP 4076931 B	07-12-1992
		LT 1465 A,B	25-05-1995
		LT 1833 A,B	25-08-1995
		LV 11169 A,B	20-04-1996
		LV 11168 A,B	20-04-1996
		PT 87600 A,B	01-06-1988
		SK 180188 A	07-12-1994
		SU 1836303 A	23-08-1993
		RU 2013383 C	30-05-1994
		TR 25215 A	01-01-1993
		US 4882736 A	21-11-1989
		US 4932035 A	05-06-1990
		ZA 8802900 A	27-10-1988
DD 160186 A	11-05-1983	NONE	
US 3764287 A	09-10-1973	NONE	